Extração/Pré-concentração de Pb^{2+} em poli(vinilimidazol-*co*-etilenoglicol dimetacrilato) sintetizado através do método de dupla impressão

Bruna Fabrin Somera [1] (IC), Felipe Fantinato Hudari [1] (IC), Lissa Mei Yokoi Tomiyoshi[1] (IC), César R. Teixeira Tarley [1,2] (PQ)*.

[1]*Universidade Estadual de Londrina (UEL), Departamento de Química. Rodovia Celso Garcia Cid, PR 445 Km 380, CEP 86050-482, Londrina – PR. * ctarley@yahoo.com.br*

[2]*Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia (INCT) de Bioanalítica, Departamento de Química Analítica - Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Cidade Universitária Zeferino Vaz s/n, CEP 13083-970, Campinas-SP.*

Palavras Chave: chumbo, extração em fase sólida, FAAS, IIP.

Introdução

IIPs (polímeros ionicamente impressos) são materiais sintéticos preparados por meio da tecnologia de impressão química, que é baseada na formação de um complexo metálico de um íon (molde) com um monômero funcional. Desse modo, o material final, após a remoção do íon molde, apresenta um sítio de ligação específico e a síntese pode ser realizada com monômeros funcionais orgânicos e/ou inorgânicos. No preparo dos polímeros orgânicos, todos os reagentes são misturados homogeneamente, sendo necessário aquecimento e ausência de oxigênio (polimerização em *bulk*).[1] Já os polímeros inorgânicos são sintetizados pelo processo sol-gel, que pode ser realizada na presença de oxigênio, e apresentam maior estabilidade quando comparados aos polímeros orgânicos. Uma maneira de melhorar as propriedades texturais dos polímeros e, como consequência, os parâmetros cinéticos de adsorção, recentemente, muitos trabalhos têm utilizado surfactantes na síntese de IIPs inorgânicos, uma vez que as micelas formadas ao longo da reação de polimerização podem gerar canais na morfologia do material, aumentando consequentemente, sua área superficial.[2] No presente trabalho, é proposta a síntese de um IIP orgânico duplamente impresso (Pb^{2+} e surfactante catiônico CTAB) a fim de investigar as vantagens do uso do surfactante citadas acima, na pré-concentração de Pb^{2+} em sistema FIA-FAAS.

Resultados e Discussão

A síntese do polímero ionicamente impresso (IIP) consistiu na solubilização de 500 mg do surfactante brometo de cetiltrimetilamônio (CTAB) e 500 mg de $Pb(NO_3)_2$ em 15 mL de dimetilsulfóxido (DMSO). Após isso, adicionou-se 3,73 g do monômero 1-vinilimidazol agitando a mistura durante 30 minutos para a complexação do monômero com os íons Pb^{2+}. Posteriormente, adicionou-se 300 mg do iniciador radicalar 2,2'- azobisisobutironitrila (AIBN), 10,3 g de etilenoglicoldimetacrilado (EGDMA) e 10 mL de DMSO. Em seguida, borbulhou-se gás nitrogênio durante 5 minutos, selando-se o frasco reacional rapidamente. A polimerização ocorreu a 60 ºC, por 48 horas. O sólido obtido foi moído e macerado para a obtenção de partículas com diâmetro maior que 150 e menor que 300 µm. Para a lavagem do polímero, utilizou-se HNO_3 2,5 mol L^{-1} para a retirada de Pb^{2+} e álcool etílico para a remoção do surfactante CTAB. O material polimérico foi caracterizado por espectroscopia de infravermelho, onde se pode observar um pico intenso de absorção em 1720 cm^{-1}, referente à vibração da ligação C=O do EGDMA, enquanto que o estiramento assimétrico C-O do éster é caracterizado pela presença das bandas em 1157 e 1261 cm^{-1}.[3] A absorção de fraca intensidade em 1635 cm^{-1} está associada ao estiramento das ligações C=C e C=N constituintes do anel imidazol.[4] Para o sistema de pré-concentração *on-line* de Pb^{2+}, 40 mg do polímero impresso foram empacotados em uma mini-coluna feita de polietileno. O método foi baseado na pré-concentração de 20 mL de amostra, nas condições otimizadas por meio de um planejamento fatorial fracionário e matriz de Doehlert – tampão fosfato 0,171 mol L^{-1}, pH 7,2, vazão de 5,0 mL min^{-1} e eluição com HNO_3 1,5 mol L^{-1}. Desse modo, obteve-se uma curva analítica com faixa linear de 8,20 a 300,00 µg L^{-1} (r =0,999), e um aumento na sensibilidade de 21 vezes quando comparado ao processo sem a etapa de pré-concentração. O método proposto apresentou LD e LQ de 2,46 e 8,20 µg L^{-1}, respectivamente e, a precisão em termos de repetitividade do método foi de 4,13% e 1,84% para as concentrações de 30,00 e 250,00 µg L^{-1}.

Conclusões

Foi possível observar que o método analítico proposto é muito promissor para a pré-concentração de Pb^{2+}, com satisfatório fator de enriquecimento e baixo LD e LQ satisfatórios. O índice de consumo do método foi de 0,95 mL e a eficiência de pré-concentração de 5,25 min^{-1}. Estudos estão sendo realizados a fim de avaliar os parâmetros de seletividade do polímero, aplicação em amostras reais e exatidão analítica.

Agradecimentos

FAEPE-UEL, CNPq, CAPES e INCT-Bioanalítica.

[1] DAI, S. et al. *J. Am. Chem. Soc*. **2000,** *122*, 982.
[2] TARLEY, C. R. T. et al. *Quim. Nova*. **2005**, *28*, 1076.
[3] TSOI, Yeuk-Ki. et al. *Talanta*. **2012**, *89*, 162.
[4] TARLEY, C. R. T. et al. *React. Funct. Polym.* **2012**, *72*, 83.