

## AVALIAÇÃO DO COMPORTAMENTO DO MÉTODO ESPECTROFOTOMÉTRICO PARA DETERMINAÇÃO DO COBRE COM O REAGENTE N-FENILGLICINA EM AÇOS

Nelson de ARAUJO\*

**RESUMO:** Com o intuito de se testar a capacidade do novo método espectrofotométrico para determinação quantitativa do cobre com o reagente N-fenilglicina, utilizou-se uma amostra padrão de aço procedente do National Bureau of Standards. A solubilização da amostra foi feita através de um ataque ácido (HCl e HNO<sub>3</sub>). A interferência de ferro no processo foi eliminada através de extração com metilisobutilcetona-acetato de amila. Os demais interferentes foram separados por troca iônica, empregando-se resina Dowex 1 X-8, 150-200 mesh. O teor de cobre encontrado no aço foi 0,150%, sendo este resultado muito bom, pois trata-se de um padrão do National Bureau of Standards que certifica 0,149%.

**UNITERMOS:** Cobre; N-fenilglicina; espectrofotometria; aços.

### INTRODUÇÃO

ARAUJO<sup>1</sup> desenvolveu um método espectrofotométrico para análise quantitativa do cobre, utilizando como complexante orgânico a N-fenilglicina ou ácido aminooacético (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>NHCH<sub>2</sub>COOH).

O complexo N-fenilglicina-cobre se formou em meio fracamente alcalino, permanecendo estável em pH 7,2 durante o período de 1 hora, ao ser aquecido a 50°C por 30 minutos. O máximo de absorção do referido complexo se deu entre 440-450 nm, verificando-se a existência de linearidade entre absorbâncias e concentrações de cobre, estas últimas compreendidas no intervalo de 0,5-2,5 µg/ml.

\* Departamento de Ciências - Faculdade de Engenharia - UNESP - 15378 - Ilha Solteira - SP.

Para se testar a eficiência deste método espectrofotométrico, procedeu-se à análise de cobre em aços, apresentando-se método de abertura para o material e separação dos elementos interferentes.

Os aços, de conformidade com sua finalidade, variam de composição, sendo que além da predominância de ferro, outros elementos, como carbono, enxofre, silício, tungstênio, cromo, vanádio, níquel, cobre, magnésio, fósforo e molibdênio, podem estar presentes em quantidades inferiores<sup>2</sup>.

Portanto, o presente trabalho tem como objetivo avaliar o comportamento do citado método, na determinação de cobre em uma amostra padrão de aço procedente do *National Bureau of Standards*.

## MATERIAL E MÉTODOS

O aço utilizado para esta determinação é procedente do *National Bureau of Standards*, amostra 132, cuja composição é apresentada na Tabela 1.

**TABELA 1 - Composição da amostra (aço) utilizada na aplicação do método (Valores Certificados pelo *National Bureau of Standards*)**

Elemento	%	Elemento	%
O	0,803	Si	0,239
Mg	0,252	Cr	4,110
P	0,027	V	1,640
S	0,004	Mo	7,070
Cu	0,149	W	6,290
Ni	0,094		

No estudo dos interferentes do método, verificou-se que dentre os elementos presentes na amostra, os que mais interferem na determinação do cobre são: ferro, níquel, cromo, vanádio e molibdênio. Para eliminá-los, foi feita inicialmente a extração do ferro com metilisobutil cetona e acetato de amila e posterior separação dos demais, através da resina trocadora de íons<sup>3</sup>, Dowex-1 x-8, 150-200 mesh.

A solubilização da amostra, separação dos elementos interferentes e consequente obtenção da solução pronta para análise do cobre, obedeceram a seguinte seqüência analítica:

Pesou-se em balança semimicro 1,0 g do aço, solubilizando-o da seguinte maneira: adicionaram-se 40 ml de HCl 1:1. Após cessamento da reação enérgica, a solução foi aquecida. Tendo-se em vista que nem toda a amostra foi dissolvida, juntaram-se, continuando o aquecimento, 10 ml de HCl concentrado. Em seguida, filtrou-se em

papel de filtro fita azul. Tratou-se o resíduo com HNO<sub>3</sub> concentrado, restando como parte insolúvel um sólido amarelo brilhante, proveniente do tungstênio (ácido tungstíco- H<sub>2</sub>WO<sub>4</sub>), pouco solúvel em ácidos<sup>4</sup>. O filtrado foi evaporado até a eliminação de vapores nitrosos. A seguir a solução foi levada cuidadosamente até próximo à secagem e retomada em HCl 7M, deixando-a nesta concentração a fim de extrair o ferro<sup>5</sup>, o que foi feito da seguinte maneira: num funil de separação adicionou-se um volume total de 100 ml de metilisobutil cetona e acetato de amila, respectivamente na proporção de 2:1<sup>6,7</sup>, saturando-se com HCl 7M. Transferiu-se depois a solução problema para o funil e agitou-se bem. Esperou-se a separação das fases. Posteriormente, a fase aquosa isenta de ferro foi retirada, aquecida até próximo à secagem, recolhida com HCl 6M e transferida para a coluna contendo a resina trocadora aniônica, preparada da seguinte maneira:

- deixou-se a resina em contato com água durante a noite;
- decantou-se;
- adicionou-se HCl 1M, agitou-se e decantou-se;
- lavou-se com água 2 vezes;
- colocou-se a resina na coluna com HCl 6M.

Após a transferência da solução para a coluna, o bequer foi lavado com pequenas porções de HCl 6M, transferidas para a coluna depois de cada escoamento.

Com a fixação do cobre na resina, lavou-se a coluna com HCl 4M, desprezando-se o eluído. Em seguida o cobre foi eluído com um volume de 80 ml de HCl 2,5M.

A solução resultante foi aquecida várias vezes até quase a secagem; o resíduo foi dissolvido em água e a solução obtida transferida para um balão volumétrico de 250 ml, completando-se o volume com água desionizada.

O processo descrito para obtenção da solução contendo cobre para posterior determinação espectrofotométrica desse elemento foi feita em triplicata, ou seja, 3 solubilizações paralelas da mesma amostra para, além de se cumprir uma exigência estatística, comprovar a reprodutibilidade do método.

O teor de cobre contido na amostra de aço e presente na solução obtida foi determinado da seguinte maneira: em 4 balões volumétricos calibrados de 10,0 ml, colocaram-se, respectivamente, 3,0 ml, 3,0 ml, 4,0 ml e 4,0 ml dessa solução, com auxílio de pipetas graduadas calibradas, adicionando-se em cada um deles 1,0 ml de uma solução aquosa de N-fenilglicina a 0,5% e 1,0 ml de solução de amônia 0,05N, completando-se o volume a 10,0 ml com água desionizada. As soluções foram transferidas para tubos de ensaio, os quais foram fechados com rolhas e aquecidos a 50°C durante 30 minutos. Finalmente, após o esfriamento por 20 minutos em água à temperatura ambiente, foram medidas as absorbâncias das soluções contra o "branco" em 445 nm, no espectrofotômetro Hitachi Perkin-Elmer UV-139, comparando-se posteriormente com a curva de calibração<sup>1</sup>.

Para fins estatísticos, foram feitas ao todo 12 leituras com alíquotas diferentes, provenientes de 3 solubilizações paralelas.

## RESULTADOS E CONCLUSÃO

Os resultados destas determinações, como podem ser observados nas Tabelas 2 e 3, atestam que a reprodutibilidade e confiabilidade, parâmetros essenciais em qualquer método analítico, foram atingidos.

TABELA 2 - Determinação do teor do cobre na amostra de aço

Solubilização	Alíquota (ml de 250 ml)	Absorbância ( $\lambda = 445 \text{ nm}$ )	$\mu\text{gCu/ml}$	$\mu\text{g de Cu na amostra}$	Teor de Cu no Aço %
1	3,0	0,370	6,2	1550	0,155
	3,0	0,370	6,2	1550	0,155
	4,0	0,485	6,0	1500	0,150
	4,0	0,470	5,8	1450	0,145
2	3,0	0,365	6,1	1525	0,153
	3,0	0,372	6,2	1550	0,155
	4,0	0,480	6,0	1500	0,150
	4,0	0,470	5,8	1450	0,145
3	3,0	0,360	6,0	1500	0,150
	3,0	0,365	6,1	1525	0,153
	4,0	0,480	6,0	1500	0,150
	4,0	0,465	5,8	1450	0,145
Média					(0,150 $\pm$ 0,004) %

TABELA 3 - Parâmetros estatísticos e intervalo de confiança para as absorbâncias em diferentes alíquotas da amostra de aço solubilizada

Alíquota (ml)	n	$\bar{x}$	s	sx	limite de confiança ( $\alpha = 0,05$ )
3,0	6	0,367	0,0045	0,0018	0,362; 0,372
4,0	6	0,475	0,0077	0,0031	0,467; 0,483

n = número de observações

$\bar{x}$  = absorvância média

s = desvio padrão

s( $\bar{x}$ ) = desvio padrão da média

$\alpha$  = nível de significância do intervalo

O resultado obtido é promissor; essa conclusão deriva da grande exatidão do teor de cobre encontrado na amostra de aço analisada, conforme comprovada pela comparação com o padrão do *National Bureau of Standards* (Tabela 1). Os métodos empregados para a separação dos interferentes foram eficazes. A generalização de aplicabilidade do método à finalidade proposta dependerá de posterior análise de diferentes amostras de aço, com diversas composições, tanto sob o aspecto qualitativo como quantitativo.

ARAJO, N. de - Evaluation of the behavior of the spectrophotometric method for the determination of copper with N-phenylglycine reagent in steel. *Ecl. Quím.*, São Paulo, 14: 63-68, 1989.

**ABSTRACT:** Looking forward to testing the performance of a new spectrophotometric method for the determination of copper with N-phenylglycine reagent, a sample of steel from the National Bureau of Standards was used. The sample solubilization was carried out through an acid attack (HCl and HNO<sub>3</sub>). Interference from iron was eliminated by extraction with methylisobutyl ketone - amyl acetate. Other interfering elements were separated by applying an ion-exchange procedure which comprises the Dowex 1 X-8 (150-200 mesh) resin. The copper amount found in steel was 0.150%, this result is considered very good, taking into account the certified value from the National Bureau of Standards (0.149%).

**KEY-WORDS:** Copper; N-phenylglycine; spectrophotometry; steel.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ARAJO, N. de - *Ecl. Quím.*, 13, 101 (1988).
2. ARAJO, N. de - *Tese de Mestrado, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro (PUC/RJ)*, 1976.
3. KRAVS, K.A. & MOORE, G.E. - *J. Am. Chem. Soc.*, 75, 1460 (1953).
4. KOLTHOFF, I.M.; SANDELL, E.B.; MEEHAN, E.J. & BRUCKENSTEIN, S. - *Quantitative Chemical Analysis*, Vol. 2, 4<sup>a</sup> ed., The McMillan Company, 1973, p. 1137.
5. KOLTHOFF, I.M.; SANDELL, E.B.; MEEHAN, E.J. & BRUCKENSTEIN, S. - *Quantitative Chemical Analysis*, Vol. 2, 4<sup>a</sup> ed., The McMillan Company, 1973, p. 345.
6. BANKMANN, E. & SPECKN, H. - *Z. Anal. Chem.*, 102, 18 (1958).
7. KOLTHOFF, I.M.; SANDELL, E.B.; MEEHAN, E.J. & BRUCKENSTEIN, S. - *Quantitative Chemical Analysis*, The McMillan Company, 1971, p. 313.

Recebido em 28.04.89  
Aceito em 23.06.89