

O CONHECIMENTO CIENTÍFICO NA QUÍMICA

JÉSSICA VERGER NARDELI
(ORGANIZADORA)



O CONHECIMENTO CIENTÍFICO NA QUÍMICA

JÉSSICA VERGER NARDELI
(ORGANIZADORA)

2020 by Atena Editora

Copyright © Atena Editora

Copyright do Texto © 2020 Os autores

Copyright da Edição © 2020 Atena Editora

Editora Chefe: Profª Drª Antonella Carvalho de Oliveira

Diagramação: Natália Sandrini de Azevedo

Edição de Arte: Lorena Prestes

Revisão: Os Autores



Todo o conteúdo deste livro está licenciado sob uma Licença de Atribuição *Creative Commons*. Atribuição 4.0 Internacional (CC BY 4.0).

O conteúdo dos artigos e seus dados em sua forma, correção e confiabilidade são de responsabilidade exclusiva dos autores. Permitido o download da obra e o compartilhamento desde que sejam atribuídos créditos aos autores, mas sem a possibilidade de alterá-la de nenhuma forma ou utilizá-la para fins comerciais.

Conselho Editorial

Ciências Humanas e Sociais Aplicadas

Profª Drª Adriana Demite Stephani – Universidade Federal do Tocantins

Prof. Dr. Álvaro Augusto de Borba Barreto – Universidade Federal de Pelotas

Prof. Dr. Alexandre Jose Schumacher – Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Mato Grosso

Profª Drª Angeli Rose do Nascimento – Universidade Federal do Estado do Rio de Janeiro

Prof. Dr. Antonio Carlos Frasson – Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Prof. Dr. Antonio Gasparetto Júnior – Instituto Federal do Sudeste de Minas Gerais

Prof. Dr. Antonio Isidro-Filho – Universidade de Brasília

Prof. Dr. Carlos Antonio de Souza Moraes – Universidade Federal Fluminense

Prof. Dr. Constantino Ribeiro de Oliveira Junior – Universidade Estadual de Ponta Grossa

Profª Drª Cristina Gaio – Universidade de Lisboa

Profª Drª Denise Rocha – Universidade Federal do Ceará

Prof. Dr. Deyvison de Lima Oliveira – Universidade Federal de Rondônia

Prof. Dr. Edvaldo Antunes de Farias – Universidade Estácio de Sá

Prof. Dr. Eloi Martins Senhora – Universidade Federal de Roraima

Prof. Dr. Fabiano Tadeu Grazioli – Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e das Missões

Prof. Dr. Gilmei Fleck – Universidade Estadual do Oeste do Paraná

Profª Drª Ivone Goulart Lopes – Istituto Internazionale delle Figlie de Maria Ausiliatrice

Prof. Dr. Julio Candido de Meirelles Junior – Universidade Federal Fluminense

Profª Drª Keyla Christina Almeida Portela – Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Mato Grosso

Profª Drª Lina Maria Gonçalves – Universidade Federal do Tocantins

Profª Drª Natiéli Piovesan – Instituto Federal do Rio Grande do Norte

Prof. Dr. Marcelo Pereira da Silva – Universidade Federal do Maranhão

Profª Drª Miranilde Oliveira Neves – Instituto de Educação, Ciência e Tecnologia do Pará

Profª Drª Paola Andressa Scortegagna – Universidade Estadual de Ponta Grossa

Profª Drª Rita de Cássia da Silva Oliveira – Universidade Estadual de Ponta Grossa

Profª Drª Sandra Regina Gardacho Pietrobon – Universidade Estadual do Centro-Oeste

Profª Drª Sheila Marta Carregosa Rocha – Universidade do Estado da Bahia

Prof. Dr. Rui Maia Diamantino – Universidade Salvador

Prof. Dr. Urandi João Rodrigues Junior – Universidade Federal do Oeste do Pará

Profª Drª Vanessa Bordin Viera – Universidade Federal de Campina Grande

Prof. Dr. William Cleber Domingues Silva – Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro

Prof. Dr. Willian Douglas Guilherme – Universidade Federal do Tocantins

Ciências Agrárias e Multidisciplinar

Prof. Dr. Alexandre Igor Azevedo Pereira – Instituto Federal Goiano

Prof. Dr. Antonio Pasqualetto – Pontifícia Universidade Católica de Goiás

Profª Drª Daiane Garabeli Trojan – Universidade Norte do Paraná

Profª Drª Diocléa Almeida Seabra Silva – Universidade Federal Rural da Amazônia
Prof. Dr. Écio Souza Diniz – Universidade Federal de Viçosa
Prof. Dr. Fábio Steiner – Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul
Prof. Dr. Fágner Cavalcante Patrocínio dos Santos – Universidade Federal do Ceará
Profª Drª Girlene Santos de Souza – Universidade Federal do Recôncavo da Bahia
Prof. Dr. Júlio César Ribeiro – Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro
Profª Drª Lina Raquel Santos Araújo – Universidade Estadual do Ceará
Prof. Dr. Pedro Manuel Villa – Universidade Federal de Viçosa
Profª Drª Raissa Rachel Salustriano da Silva Matos – Universidade Federal do Maranhão
Prof. Dr. Ronilson Freitas de Souza – Universidade do Estado do Pará
Profª Drª Talita de Santos Matos – Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro
Prof. Dr. Tiago da Silva Teófilo – Universidade Federal Rural do Semi-Árido
Prof. Dr. Valdemar Antonio Paffaro Junior – Universidade Federal de Alfenas

Ciências Biológicas e da Saúde

Prof. Dr. André Ribeiro da Silva – Universidade de Brasília
Profª Drª Anelise Levay Murari – Universidade Federal de Pelotas
Prof. Dr. Benedito Rodrigues da Silva Neto – Universidade Federal de Goiás
Prof. Dr. Edson da Silva – Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri
Profª Drª Eleuza Rodrigues Machado – Faculdade Anhanguera de Brasília
Profª Drª Elane Schwinden Prudêncio – Universidade Federal de Santa Catarina
Prof. Dr. Ferlando Lima Santos – Universidade Federal do Recôncavo da Bahia
Prof. Dr. Fernando José Guedes da Silva Júnior – Universidade Federal do Piauí
Profª Drª Gabriela Vieira do Amaral – Universidade de Vassouras
Prof. Dr. Gianfábio Pimentel Franco – Universidade Federal de Santa Maria
Profª Drª Iara Lúcia Tescarollo – Universidade São Francisco
Prof. Dr. Igor Luiz Vieira de Lima Santos – Universidade Federal de Campina Grande
Prof. Dr. José Max Barbosa de Oliveira Junior – Universidade Federal do Oeste do Pará
Profª Drª Magnólia de Araújo Campos – Universidade Federal de Campina Grande
Profª Drª Mylena Andréa Oliveira Torres – Universidade Ceuma
Profª Drª Natiéli Piovesan – Instituto Federaci do Rio Grande do Norte
Prof. Dr. Paulo Inada – Universidade Estadual de Maringá
Profª Drª Renata Mendes de Freitas – Universidade Federal de Juiz de Fora
Profª Drª Vanessa Lima Gonçalves – Universidade Estadual de Ponta Grossa
Profª Drª Vanessa Bordin Viera – Universidade Federal de Campina Grande

Ciências Exatas e da Terra e Engenharias

Prof. Dr. Adélio Alcino Sampaio Castro Machado – Universidade do Porto
Prof. Dr. Alexandre Leite dos Santos Silva – Universidade Federal do Piauí
Prof. Dr. Carlos Eduardo Sanches de Andrade – Universidade Federal de Goiás
Profª Drª Carmen Lúcia Voigt – Universidade Norte do Paraná
Prof. Dr. Eloi Rufato Junior – Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Prof. Dr. Fabrício Menezes Ramos – Instituto Federal do Pará
Prof. Dr. Juliano Carlo Rufino de Freitas – Universidade Federal de Campina Grande
Profª Drª Luciana do Nascimento Mendes – Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Norte
Prof. Dr. Marcelo Marques – Universidade Estadual de Maringá
Profª Drª Neiva Maria de Almeida – Universidade Federal da Paraíba
Profª Drª Natiéli Piovesan – Instituto Federal do Rio Grande do Norte
Prof. Dr. Takeshy Tachizawa – Faculdade de Campo Limpo Paulista

Conselho Técnico Científico

Prof. Me. Abrãao Carvalho Nogueira – Universidade Federal do Espírito Santo
Prof. Me. Adalberto Zorzo – Centro Estadual de Educação Tecnológica Paula Souza
Prof. Dr. Adaylson Wagner Sousa de Vasconcelos – Ordem dos Advogados do Brasil/Seccional Paraíba
Prof. Me. André Flávio Gonçalves Silva – Universidade Federal do Maranhão

Prof^a Dr^a Andreza Lopes – Instituto de Pesquisa e Desenvolvimento Acadêmico
 Prof^a Dr^a Andrezza Miguel da Silva – Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia
 Prof. Dr. Antonio Hot Pereira de Faria – Polícia Militar de Minas Gerais
 Prof^a Ma. Bianca Camargo Martins – UniCesumar
 Prof^a Ma. Carolina Shimomura Nanya – Universidade Federal de São Carlos
 Prof. Me. Carlos Antônio dos Santos – Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro
 Prof. Ma. Cláudia de Araújo Marques – Faculdade de Música do Espírito Santo
 Prof. Me. Daniel da Silva Miranda – Universidade Federal do Pará
 Prof^a Ma. Dayane de Melo Barros – Universidade Federal de Pernambuco
 Prof. Me. Douglas Santos Mezacas – Universidade Estadual de Goiás
 Prof. Dr. Edwaldo Costa – Marinha do Brasil
 Prof. Me. Eliel Constantino da Silva – Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita
 Prof^a Ma. Fabiana Coelho Couto Rocha Corrêa – Centro Universitário Estácio Juiz de Fora
 Prof. Me. Felipe da Costa Negrão – Universidade Federal do Amazonas
 Prof^a Dr^a Germana Ponce de Leon Ramírez – Centro Universitário Adventista de São Paulo
 Prof. Me. Gevair Campos – Instituto Mineiro de Agropecuária
 Prof. Me. Guilherme Renato Gomes – Universidade Norte do Paraná
 Prof^a Ma. Jaqueline Oliveira Rezende – Universidade Federal de Uberlândia
 Prof. Me. Javier Antonio Albornoz – University of Miami and Miami Dade College
 Prof^a Ma. Jéssica Verger Nardeli – Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho
 Prof. Me. José Luiz Leonardo de Araujo Pimenta – Instituto Nacional de Investigación Agropecuaria Uruguay
 Prof. Me. José Messias Ribeiro Júnior – Instituto Federal de Educação Tecnológica de Pernambuco
 Prof^a Ma. Juliana Thaisa Rodrigues Pacheco – Universidade Estadual de Ponta Grossa
 Prof. Me. Leonardo Tullio – Universidade Estadual de Ponta Grossa
 Prof^a Ma. Lilian Coelho de Freitas – Instituto Federal do Pará
 Prof^a Ma. Liliani Aparecida Sereno Fontes de Medeiros – Consórcio CEDERJ
 Prof^a Dr^a Lívia do Carmo Silva – Universidade Federal de Goiás
 Prof. Me. Luis Henrique Almeida Castro – Universidade Federal da Grande Dourados
 Prof. Dr. Luan Vinicius Bernardelli – Universidade Estadual de Maringá
 Prof^a Ma. Marileila Marques Toledo – Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri
 Prof. Me. Rafael Henrique Silva – Hospital Universitário da Universidade Federal da Grande Dourados
 Prof^a Ma. Renata Luciane Polsaque Young Blood – UniSecal
 Prof^a Ma. Solange Aparecida de Souza Monteiro – Instituto Federal de São Paulo
 Prof. Me. Tallys Newton Fernandes de Matos – Faculdade Regional Jaguaribana
 Prof. Dr. Welleson Feitosa Gazel – Universidade Paulista

**Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
(eDOC BRASIL, Belo Horizonte/MG)**

C749 O conhecimento científico na química [recurso eletrônico] /
Organizadora Jéssica Verger Nardeli. – Ponta Grossa, PR:
Atena, 2020.

Formato: PDF
 Requisitos de sistema: Adobe Acrobat Reader.
 Modo de acesso: World Wide Web.
 Inclui bibliografia
 ISBN 978-65-86002-86-7
 DOI 10.22533/at.ed.867200204

1. Química – Pesquisa – Brasil. I. Nardeli, Jéssica Verger.

CDD 540

Elaborado por Maurício Amormino Júnior – CRB6/2422

Atena Editora
 Ponta Grossa – Paraná - Brasil
www.atenaeditora.com.br
contato@atenaeditora.com.br

APRESENTAÇÃO

A coleção “O Conhecimento Científico na Química” é uma obra que tem como foco principal a discussão e divulgação científica por meio de trabalhos com diferentes funcionalidades que compõe seus capítulos. A coleção abordará de forma categorizada trabalhos, pesquisas que transitam nos vários caminhos da química de forma aplicada, contextualizada e didática.

O objetivo central foi apresentar de forma categorizada e clara estudos correlacionados a identificação de inibidores do vírus do Zika; caracterização/ análise química e antioxidante de plantas com forte potencial de ser aplicado como antioxidante comercial; desenvolvimento de emulsões de maior estabilidade; pesquisas associadas a característica e aplicação da técnica de Raios-X; estudos que exploram propriedades dos óleos essenciais; apresentação de métodos concordantes com os princípios da química verde e metodologia no ensino da química desenvolvidos em diversas instituições de ensino e pesquisa do país. Em todos esses trabalhos a linha condutora foi o aspecto relacionado à caracterização, aplicação, otimização de procedimentos e metodologias, dentre outras abordagens importantes na área de química, ensino e engenharia química. O avanço das pesquisas e divulgação dos resultados tem sido um fator importante para o desenvolvimento do conhecimento científico na química.

Temas diversos e interessantes são, deste modo, discutidos aqui com a proposta de fundamentar o conhecimento de acadêmicos, mestres e todos aqueles que de alguma forma se interessam pela área de química tecnológica, bacharel e licenciatura. Possuir um material que demonstre evolução de diferentes metodologias, abordagens, aplicações de processos, caracterização com diferentes técnicas (microscopia, titulação, espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier e raios-X) substanciais é muito relevante, assim como abordar temas atuais e de interesse tanto no meio acadêmico como social.

Deste modo a obra “O Conhecimento Científico na Química” apresenta estudos fundamentados nos resultados práticos obtidos pelos diversos professores e acadêmicos que arduamente desenvolveram seus trabalhos que aqui serão apresentados de maneira concisa e didática. Sabemos o quão importante é a divulgação científica por meio da publicação de trabalhos, por isso evidenciamos também a estrutura da Atena Editora capaz de oferecer uma plataforma consolidada e confiável para estes pesquisadores explorarem e divulgarem seus resultados.

Jéssica Verger Nardeli

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1	1
IDENTIFICAÇÃO DE POTENCIAIS INIBIDORES DA PROTEASE NS2B-NS3 DO VÍRUS DO ZIKA POR DOCKING MOLECULAR	
Alessandra Bernardo de Oliveira Andreia do Socorros Silva da Costa Sebastião Gomes Silva Elaine Cristina Medeiros da Rocha João Augusto da Rocha Diego Raniere Nunes Lima Renato Araújo da Costa	
DOI 10.22533/at.ed.8672002041	
CAPÍTULO 2	10
AGREGAÇÃO DE VALOR A PLANTA DA REGIÃO DO LITORAL, <i>Ouratea fieldingiana</i> (GARDNER) ENGL.): ANÁLISE QUÍMICA E ANTIOXIDANTES	
Ana Raquel Araujo da Silva Israel Bezerra Silva	
DOI 10.22533/at.ed.8672002042	
CAPÍTULO 3	19
AVALIAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DE NANOEMULSÕES A BASE DE QUITOSANA COM ÓLEO ESSENCIAL DE <i>cymbopogon winterianus</i> .	
Daniele Silva de Lisboa Henety Nascimento Pinheiro Ernandes Sávio Negreiros de Alcantara Micaele Ferreira Lima Emanuela Feitoza da Costa João Lucas Isidio Oliveira de Almeida Flávia Oliveira Monteiro da Silva Abreu	
DOI 10.22533/at.ed.8672002043	
CAPÍTULO 4	35
DETERMINAÇÃO DE CÁDMIO, COBALTO E NÍQUEL EM AMOSTRAS DE ALFACE APÓS PRÉ CONCENTRAÇÃO COM MICROEXTRAÇÃO LÍQUIDO-LÍQUIDO DISPERSIVA COM SOLIDIFICAÇÃO DA GOTA ORGÂNICA SUSPensa (DLLME-SFO)	
Dilaine Suellen Caires Neves Valfredo Azevedo Lemos Marcos de Almeida Bezerra Rosivan dos Santos de Assis	
DOI 10.22533/at.ed.8672002044	
CAPÍTULO 5	48
RADIAÇÃO X: CARACTERÍSTICAS E APLICAÇÕES	
Otavio Augusto Artifon Zanatta	
DOI 10.22533/at.ed.8672002045	
CAPÍTULO 6	64
COMPOSIÇÃO QUÍMICA, ATIVIDADE ANTIOXIDANTE E CITOTOXICIDADE DO ÓLEO ESSENCIAL DE ARACÁ MIRIM (<i>Psidium guineense</i>)	
Edimara Lima dos Santos Ananda Michelle Lima Jamile Silva da Costa	

Adenilson de Sousa Barroso
Vilmara Fabrícia dos Santos Moura
Laine Celestino Pinto
Raquel Carvalho Montenegro
Joyce Kelly do Rosário da Silva
Rosa Helena Veras Mourão
José Guilherme Soares Maia
Pablo Luis Baia Figueiredo

DOI 10.22533/at.ed.8672002046

CAPÍTULO 7 73

IMPACTO DA APLICAÇÃO DE VÍDEO SOBRE ENSINO DE CIÊNCIAS PARA SURDOS COM ALUNOS DE ENSINO BÁSICO EM COLÉGIOS ESTADUAIS

Cristiana de Barcellos Passinato

DOI 10.22533/at.ed.8672002047

CAPÍTULO 8 83

PROEJA: PERCEPÇÕES E INTERVENÇÕES PARA OTIMIZAÇÃO DO ENSINO-APRENDIZAGEM NO ENSINO DE QUÍMICA NO TÉCNICO EM AGROINDÚSTRIA

Rogério Pacheco Rodrigues

Danielle Ferreira Tizzo

Waldiclécio Ribeiro Farias

Bárbara Nascimento Aud

Anne Kamille Silva

Jéssica Campos Silva

Lucas Miranda Vieira

Jordana Américo Zei Andrade

Lucilene Cândida dos Santos

Caroline Pâmella Ferreira Drigo

Reginaldo Ferreira da Silva

Natalia Lázara Gouveia

DOI 10.22533/at.ed.8672002048

CAPÍTULO 9 94

OBTENÇÃO DE CRISTAIS DE ALÚMEN DE CROMO E POTÁSSIO, TRATAMENTO DOS RESÍDUOS DE Cr(VI) E SUA REUTILIZAÇÃO NA ESMALTAÇÃO DE CERÂMICAS COMO PROPOSTA DE EXPERIMENTO NA GRADUAÇÃO

Alfredo Alberto Muxel

Yara Karolini Cirilo

DOI 10.22533/at.ed.8672002049

CAPÍTULO 10 100

DIALÉTICA EDUCATIVA ENTRE TICs E EXPERIMENTAÇÃO NO ENSINO DE QUÍMICA: ABORDAGEM CTS

Eleonora Celli Carioca Arenare

Maria de Fátima Vilhena da Silva

Francisco Hermes Santos da Silva

DOI 10.22533/at.ed.86720020410

SOBRE A ORGANIZADORA..... 117

ÍNDICE REMISSIVO 118

DETERMINAÇÃO DE CÁDMIO, COBALTO E NÍQUEL EM AMOSTRAS DE ALFACE APÓS PRÉ CONCENTRAÇÃO COM MICROEXTRAÇÃO LÍQUIDO-LÍQUIDO DISPERSIVA COM SOLIDIFICAÇÃO DA GOTA ORGÂNICA SUSPensa (DLLME-SFO)

Data de aceite: 27/03/2020

Dilaine Suellen Caires Neves

Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia,
Laboratório de Química Analítica (LQA), Campus
de Jequié, Jequié - Bahia

Valfredo Azevedo Lemos

Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia,
Laboratório de Química Analítica (LQA), Campus
de Jequié, Jequié - Bahia

Marcos de Almeida Bezerra

Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia,
Laboratório de Química Analítica (LQA), Campus
de Jequié, Jequié - Bahia

Rosivan dos Santos de Assis

Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia,
Laboratório de Química Analítica (LQA), Campus
de Jequié, Jequié - Bahia

RESUMO: Neste trabalho, é proposto um procedimento de pré-concentração baseado na microextração dispersiva com solidificação da gota orgânica suspensa (DLLME-SFO) para determinação de cádmio (Cd), cobalto (Co) e níquel (Ni). O reagente TAN foi utilizado como complexante, acetona como solvente dispersor e 1-undecanol como agente orgânico extrator. Na microextração dispersiva líquido-líquido com solidificação da gota suspensa, é utilizada uma mistura contendo um solvente dispersor,

um solvente extrator e um reagente quelante. Quando a mistura é injetada na amostra, a solução turvará, e, então, os componentes serão extraídos pelo solvente orgânico. Após centrifugação, o solvente formará uma gota acima da fase aquosa. Nesta etapa, o sistema será mantido em um banho de gelo, que viabilizará o congelamento da gota, facilitando a sua separação da fase aquosa. Em seguida, a gota é diluída com 100 μL de uma solução de ácido nítrico em etanol e, então é promovida a detecção dos componentes por espectrometria de absorção atômica com chama. Após otimização das variáveis envolvidas no processo, os fatores de enriquecimento encontrados foram 21 (Cd), 22 (Co) e 23 (Ni), e os limites de detecção foram 0,4 (Cd), 0,8 (Co) e 0,6 (Ni) mg L^{-1} . A exatidão do método foi testada avaliando-se as amostras certificadas de folhas de maçã (NIST 1515) e de folhas de tomate (NIST 1573). O método foi aplicado à determinação de cádmio, cobalto e níquel em amostras de alface.

PALAVRAS-CHAVE: microextração, cádmio, cobalto, níquel, DLLME-SFO

DETERMINATION OF CADMIUM, COBALT,
AND NICKEL IN LETTUCE SAMPLES AFTER

PRECONCENTRATION WITH DISPERSIVE LIQUID-LIQUID MICROEXTRACTION WITH SOLIDIFICATION OF THE SUSPENDED FLOATING ORGANIC DROP (DLLME-SFO)

ABSTRACT: In this work, a preconcentration procedure based on dispersive microextraction with solidification of the suspended organic drop (DLLME-SFO) is proposed for the determination of cadmium (Cd), cobalt (Co) and nickel (Ni). The TAN reagent was used as a complexing agent, acetone as a dispersing solvent, and 1-undecanol as an organic extracting agent. In liquid-liquid dispersive microextraction with solidification of the suspended drop, a mixture containing a dispersing solvent, an extracting solvent, and a chelating reagent is used. When the mixture is injected into the sample, the solution will become cloudy, and then the components will be extracted by the organic solvent. After centrifugation, the solvent will form a drop above the aqueous phase. In this step, the system will be kept in an ice bath, which will allow the drop to freezing, facilitating its separation from the aqueous phase. Then, the drop is diluted with 100 μL of a solution of nitric acid in ethanol, and then the detection of the components is promoted by flame atomic absorption spectrometry. After optimization of the variables involved in the process, the enrichment factors found were 21 (Cd), 22 (Co), and 23 (Ni), and the detection limits were 0.4 (Cd), 0.8 (Co), and 0.6 (Ni) mg L^{-1} . The accuracy of the method was tested by evaluating certified samples of apple leaves (NIST 1515) and tomato leaves (NIST 1573). The method was applied to the determination of cadmium, cobalt, and nickel in lettuce samples.

KEYWORDS: microextraction, cadmium, cobalt, nickel, DLLME-SFO

INTRODUÇÃO

A determinação de elementos tóxicos em diversas matrizes tem sido amplamente estudada, pois devido a ações humanas, os níveis de contaminação por estes elementos tem sido crescente e preocupante. Cádmio, cobalto e níquel são exemplos de elementos altamente prejudiciais a saúde e ao ambiente. O uso de aditivos, com o objetivo de prevenir pragas e melhorar a produção agrícola podem ser uma importante fonte de contaminação por elementos tóxicos. Fertilizantes podem conter estas substâncias na sua composição, provenientes da adição na fabricação industrial, ou da combinação com outros elementos na rocha de origem. Estes elementos, uma vez no solo podem ser persistentes, pois possuem baixa mobilidade e podem ser rapidamente absorvidos pelas plantas, ingressando na cadeia alimentar [1].

Cádmio não é encontrado de forma natural no organismo, pois não possui nenhuma essencialidade. É usado em indústrias de pigmentos e também como anticorrosivo de aço. Além disso, pode estar na natureza também devido a

ações antropogênicas [1]. Níquel é um elemento presente no ambiente devido a contaminação industrial. Solos agrícolas podem conter Ni entre 3 e 1000 mg kg⁻¹, enquanto os níveis naturais do metal variam entre 2,0 a 10,0 µg L⁻¹ em água doce e entre 0,2 a 0,7 µg L⁻¹ em água do mar [2]. Cobalto é um nutriente essencial que pode ser encontrado na natureza e em pequenas quantidades em mamíferos, incluindo o ser humano, sob a forma de cobalamina, que é um componente da vitamina B12. Este elemento é ingerido pelo ser humano normalmente através de alimentos, e é bastante utilizado em atividades industriais. Alguns de seus sais são também utilizados na indústria de pigmentos.

Alguns metais apresentam toxicidade, pois os seus respectivos cátions atraem biomoléculas presentes nos organismos com muita facilidade. Os metais apresentam diferentes níveis de toxicidade e essencialidade [3]. A determinação e o monitoramento deste contaminantes no ambiente é a melhor forma de reduzir a sua exposição e, conseqüentemente, os danos causados.

A alface é considerada um alimento saudável, de elevado consumo no mundo inteiro. Os teores de cádmio, cobalto e níquel neste tipo de amostra podem estar associados à presença destes elementos no solo de cultivo. O nível de contaminação depende das características do solo e da planta [4]. Níquel também pode estar associado à alface devido à sua presença em enzimas características de vegetais.

Metodologias para determinação de metais a quantidades-traço têm sido amplamente desenvolvidas nos laboratórios de pesquisa. A microextração líquido-líquido vem sendo muito utilizada, pois utiliza-se de uma pequena quantidade de solvente, contrariamente à extração líquido-líquido convencional. Na microextração, são utilizados microlitros de solvente [5, 6]. A microextração líquido-líquido com solidificação da gota orgânica flutuante (DLLME-SFO) é uma técnica com elevada aplicabilidade e que possui diversas vantagens como rapidez, facilidade de operação, uso de pequenas quantidades de solvente e bons resultados de fatores de enriquecimento [7].

Este trabalho tem como objetivo o desenvolvimento de uma metodologia baseada em DLLME-SFO para a determinação de cádmio, cobalto e níquel por espectrometria de absorção atômica com chama (FAAS). Os parâmetros analíticos envolvidos na determinação foram estudados, e o método foi aplicado à determinação dos elementos em amostras de alface.

PARTE EXPERIMENTAL

Reagentes

Todos os reagentes utilizados foram de padrão analítico. Foram utilizadas

soluções estoque a 1000 mg mL^{-1} (Fluka) de Co(II), Cd(II) e Ni(II), respectivamente, no preparo de soluções mais diluídas dos elementos. Soluções do reagente quelante 1-2-tiazolizazo-2-naftol (Sigma Aldrich) foram preparadas pela dissolução de quantidades apropriadas de TAN em etanol. O solvente extrator 1-undecanol (Sigma Aldrich) e solvente dispersor acetona P.A (Vetec) também foram utilizados. Outros reagentes utilizados foram cloreto de sódio (Carlo Erba), ácido nítrico (Synth), ácido clorídrico (Vetec), hidróxido de sódio (F.Maia), peróxido de hidrogênio (Vetec) e etanol (Merck). A vidraria utilizada foi mantida em solução de ácido nítrico a 5,0% (m/v) por 24 horas para descontaminação e depois lavada com água deionizada.

INSTRUMENTAÇÃO

Água desionizada obtida através de um destilador Quimis modelo Q-341-22 foi utilizada no preparo das soluções. Uma centrífuga Quimis, modelo BE-5000 foi utilizada para acelerar a separação entre as fases. O ajuste de pH do meio de separação foi realizado utilizando-se um medidor de pH Quimis (G400AS). Um espectrômetro de absorção atômica com chama Perkin Elmer, modelo AAnalyst 200, equipado com chama de ar-acetileno, foi empregado na detecção dos elementos. Lâmpadas de cátodo oco de cádmio, cobalto e níquel foram operadas a comprimentos de onda de 228,8, 240,7 e 231,1 nm, respectivamente. Bombas de digestão ácida Parr modelo 4781 foram utilizadas no preparo das amostras de alface e do material de referência certificado.

PREPARO DAS AMOSTRAS

Amostras de alface obtidas em feiras-livres foram secas em estufa durante 3,0 h a $100 \text{ }^\circ\text{C}$. O material de referência certificado folhas de tomateiro (1573a) foi adquirido do National Institute of Standards and Technology (Gaithersburg, MD, USA). Cada amostra sólida foi pesada (0,1 g) e transferida para o recipiente de politetrafluoroetileno (PTFE) de bombas de digestão ácida. Então, 1,5 mL de ácido nítrico concentrado e 0,5 mL de peróxido de hidrogênio foram adicionados. A armadura metálica da bomba foi fechada o sistema foi mantido em estufa durante 4,0 h a 110°C . Após resfriamento à temperatura ambiente, o pH das amostras digeridas foi ajustado para 2,0 com uma solução de hidróxido de sódio a $2,0 \text{ mol L}^{-1}$. Então, o líquido foi transferido para balões volumétrico de 25mL, e o volume foi completado com água desionizada ultrapura. A solução foi submetida ao procedimento de microextração descrito na seção seguinte.

PROCEDIMENTO

Uma alíquota de 10,0 mL de soluções contendo Cd ($10,0 \mu\text{g L}^{-1}$), Co ($100,0 \mu\text{g L}^{-1}$) ou Ni ($100,0 \mu\text{g L}^{-1}$) foi transferida para tubos de ensaio. Em seguida, foram injetados em cada solução, 600,0 μL de uma mistura contendo 50,0 μL de undecanol, 50,0 μL de solução de TAN e 500,0 μL de acetona. Após a injeção, a mistura turva foi submetida à centrifugação durante 3,0 min. Então, o sistema foi mantido em banho de gelo até o congelamento da fase enriquecida e formação da gota suspensa. A gota foi retirada do tubo com auxílio de um bastão de vidro e dissolvida em 100,0 μL de uma mistura de ácido nítrico em etanol. A mistura final foi submetida à detecção do respectivo elemento por espectrometria de absorção atômica com chama. Este procedimento foi aplicado para a pré-concentração de cádmio, cobalto e níquel separadamente.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A otimização de algumas condições experimentais foi realizada, com o objetivo de extrair a quantidade máxima de cada elemento. Soluções de Cd, Co ou Ni a 10,0, 100,0 e 100,0 $\mu\text{g L}^{-1}$, respectivamente, foram utilizadas nestes experimentos. A quantidade extraída, $E(\%) = \frac{C_0 - C}{C_0} \times 100$ de cada elemento foi calculada empregando-se a expressão, onde C_0 e C são a concentração inicial e final de cada elemento, respectivamente.

ESTUDO DO PH

O primeiro parâmetro a ser otimizado foi o pH da solução para verificação do valor que viabilizará maior extração dos elementos estudados. O pH tem grande influência na complexação pois é responsável por controlar as interações que irão ocorrer entre os íons metálicos e o TAN.

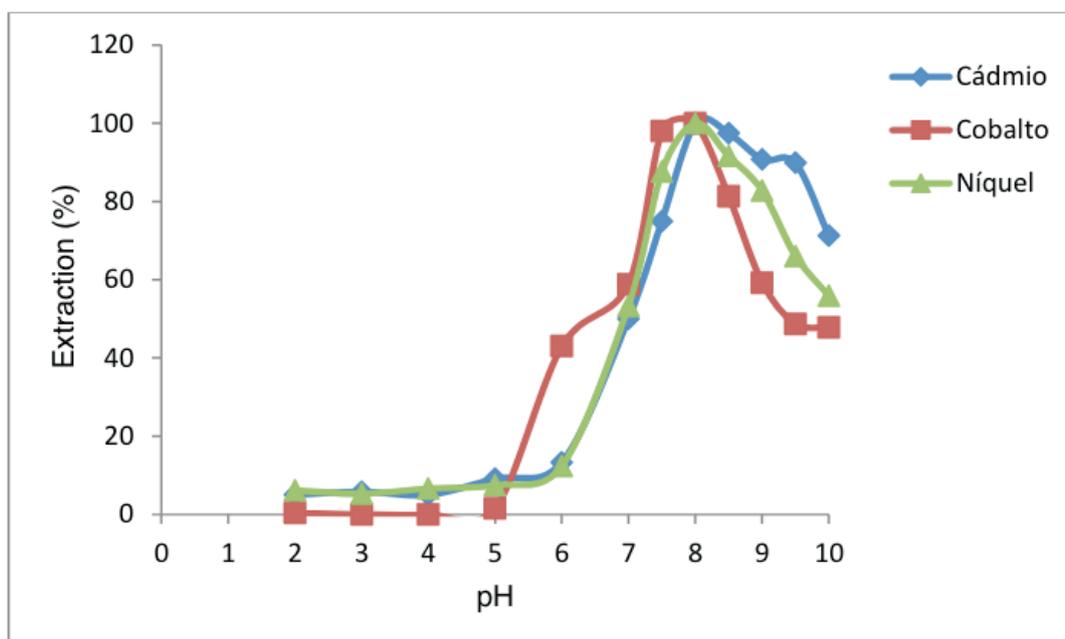


Figura 1 – Estudo do pH para a complexação de cádmio, cobalto e níquel na DLLME-SFO.

O estudo do pH foi realizado, variando-se este parâmetro entre 2,0 a 10,0. Os resultados apresentados na Figura 1 permitem observar que a maior extração ocorreu no pH 8,0, para todos os metais estudados. Desta forma, este foi o valor de pH usado para a realização de todos os estudos seguintes.

VOLUME DA SOLUÇÃO DO ELEMENTO

Volumes de soluções de cádmio, cobalto e níquel na faixa de 2,0 a 15,0 mL foram estudados. De acordo com os resultados observados na Figura 2, a maior eficiência de extração ocorreu quando um volume de 10,0 mL foi utilizado, para todos os elementos. Todos os experimentos seguintes foram feitos utilizando este valor de volume.

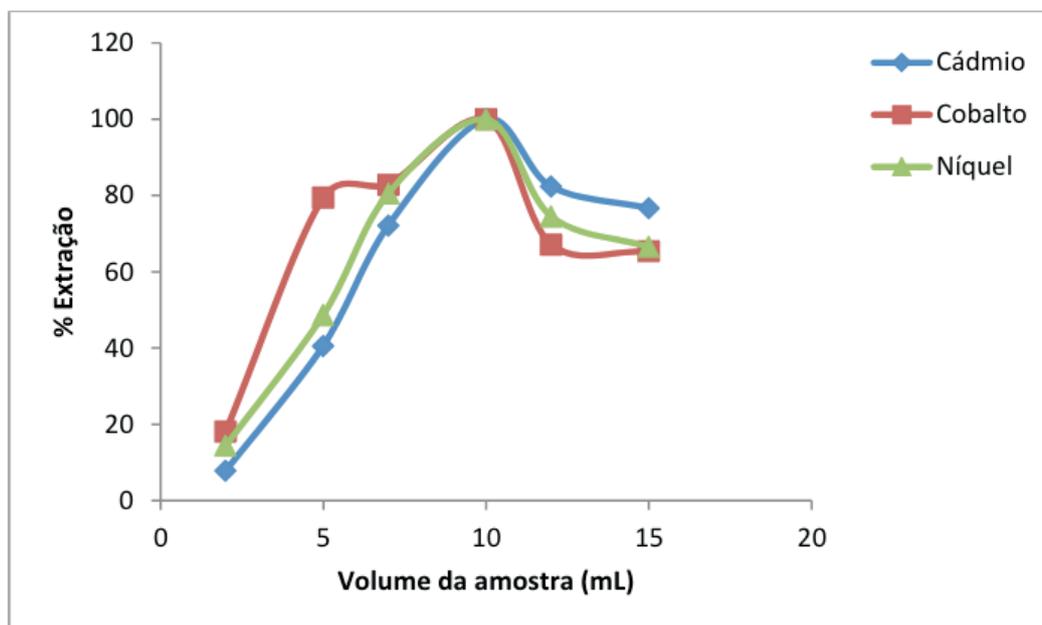


Figura 2. Estudo do volume das soluções de cádmio, cobalto e níquel na DLLME-SFO.

QUANTIDADE DO AGENTE QUELANTE

A concentração das soluções do agente quelante TAN foi estudada, pois este reagente possui sítios ativos que serão responsáveis por complexar os cátions metálicos e possibilitar a pré concentração e detecção dos elementos. A concentração das soluções foi variada na faixa entre $2,5 \cdot 10^{-3}$ a $1,0 \cdot 10^{-1}$ % (m/v). Os melhores resultados (Figura 3) foram obtidos quando uma solução de TAN a $7,5 \cdot 10^{-2}$ % (m/v) foi utilizada.

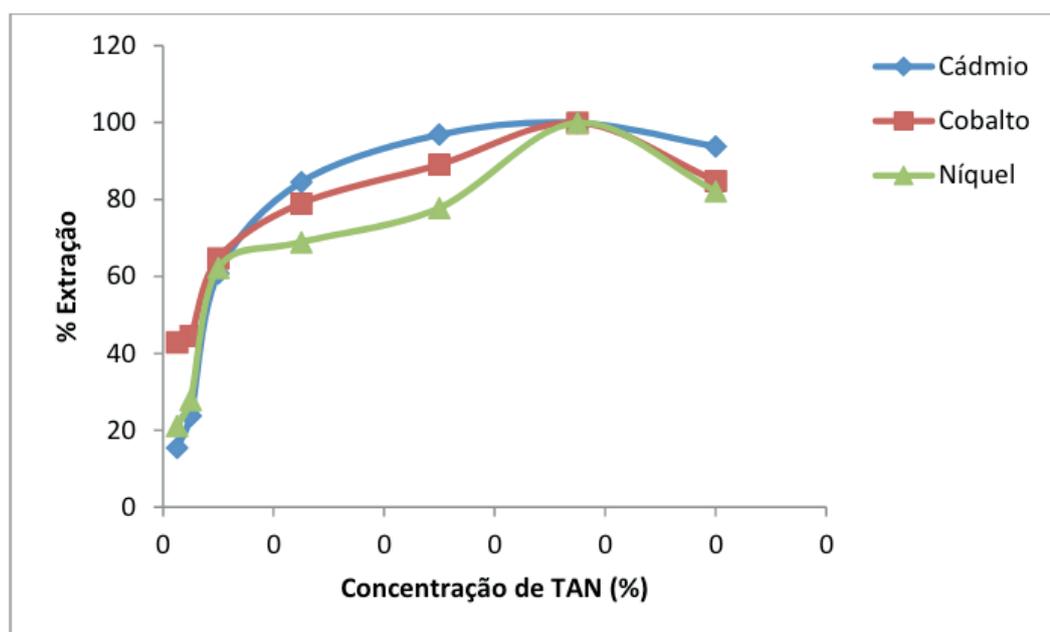


Figura 3. Estudo da concentração de TAN na DLLME-SFO.

QUANTIDADES DE SOLVENTE EXTRATOR E DISPERSOR

A escolha do solvente extrator deve estar de acordo com o método de microextração. No caso da DLLME-SFO, a densidade do solvente deve ser inferior àquela da água, pois a gota da fase enriquecida deve flutuar na fase aquosa, para facilitar a remoção. Também deve ser levado em consideração que o solvente extrator é imiscível em meio aquoso e miscível no solvente dispersor, para que haja uma dispersão eficiente. Além disso, o solvente extrator, deve apresentar ponto de fusão entre 10 a 30 °C, para facilitar as etapas de congelamento e descongelamento. Avaliando todas estas características, o 1-undecanol, octanol e dodecanol foram testados, obtendo-se os melhores resultados com o primeiro. O solvente 1-undecanol foi, então, escolhido para os experimentos posteriores.

A quantidade do solvente 1-undecanol utilizado no procedimento de DLLME-SFO foi estudado variando-se o volume entre 25,0 a 150,0 μL . Quando volumes de 25,0 μL foram utilizados, a extração não foi eficiente, pois a gota formada foi muito pequena, sendo insuficiente para extração e dificultando a sua retirada o que provavelmente ocasionou perda dos elementos. De acordo com os resultados mostrados na Figura 4, o volume de 50,0 μL proporcionou as maiores quantidades extraídas. Este volume foi, então, utilizado em todos os experimentos posteriores.

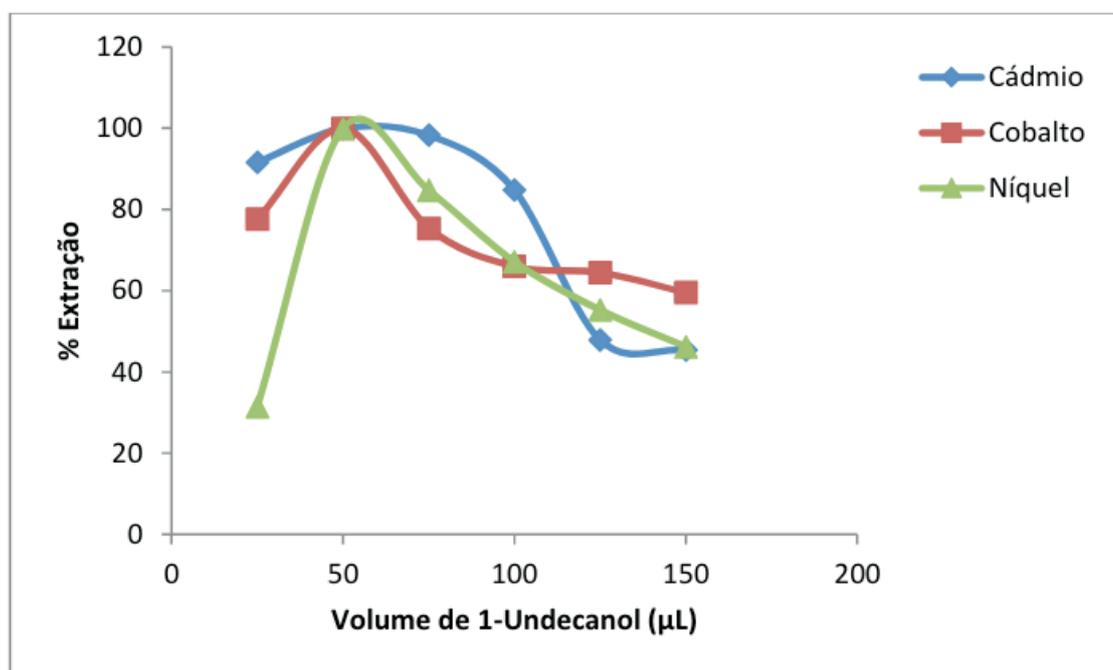


Figura 4. Estudo da quantidade do solvente extrator na DLLME-SFO.

O solvente dispersor deve ser a miscível tanto em água quanto no solvente extrator. De acordo com esta propriedade, foram testados acetona, metanol e etanol. Acetona foi o solvente que viabilizou as maiores quantidades extraídas. O estudo

do volume de acetona foi realizado variando-se as quantidades entre 0,25 até 3,00 mL, de acordo com a Figura 5. Os melhores resultados foram obtidos quando um volume de 0,50 mL de acetona foi utilizado. Este volume foi, então, empregado em todos os experimentos posteriores.

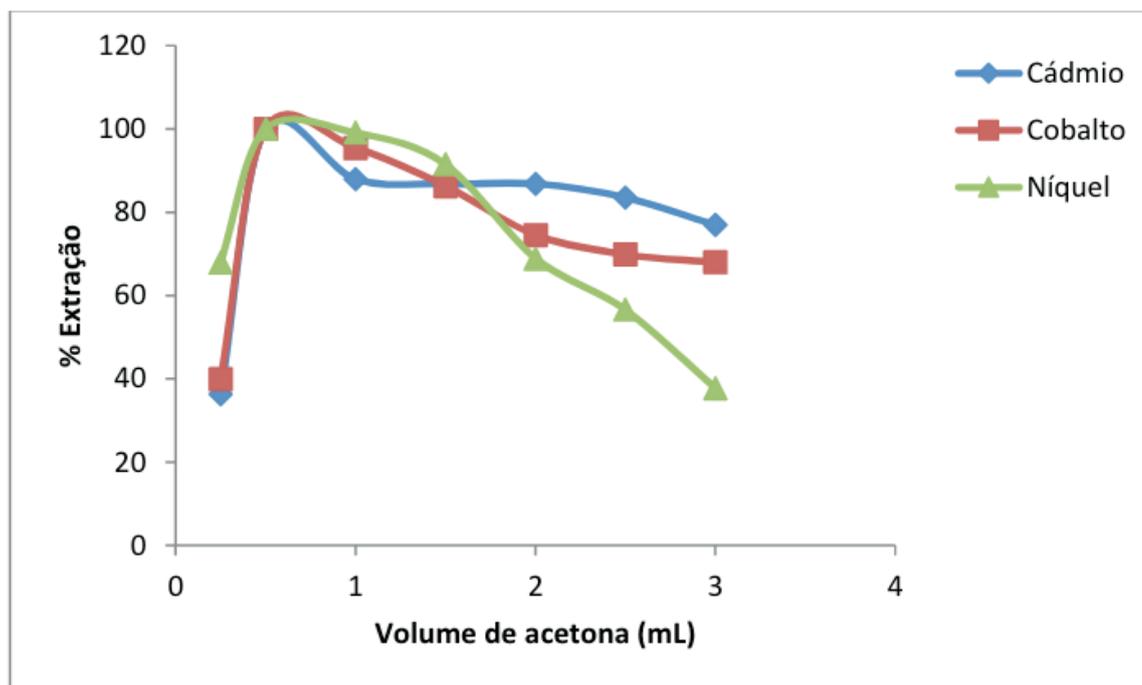


Figura 5. Estudo da quantidade do solvente dispersor na DLLME-SFO.

Analisando a figura pode ser verificado que o volume de 0,5mL de acetona foi o que melhor extraiu os metais níquel, cobalto e cádmio.

SELETIVIDADE

O efeito de alguns íons foi estudado, com o objetivo de avaliar a concentração na qual estes íons podem interferir na pré-concentração dos elementos de interesse. A concentração dos interferentes foi variada até ocorrer interferência de $\pm 10\%$ no sinal analítico. As concentrações das soluções de Cd, Co ou Ni empregadas neste estudo foram 10,0, 100,0 e 100,0 $\mu\text{g L}^{-1}$, respectivamente. Na Tabela 1 são apresentados os íons interferentes estudados e as concentrações nas quais ocorreu a interferência.

Espécie	Quantidade tolerável (μgL^{-1})		
	Cd	Co	Ni
Ca^{2+}	200	1000	5000
Mg^{2+}	500	1000	5000
Zn^{2+}	500	1000	1000
K^{+}	10000	10000	10000
Fe^{2+}	5000	5000	500
Pb^{2+}	500	200	500
Al^{3+}	5000	5000	5000
Na^{+}	10000	10000	10000
Cu^{2+}	500	1000	1000
NO_3^{2-}	10000	10000	10000
Cl^{-}	10000	10000	10000
CO_3^{2-}	200	1000	5000

Tabela 1 – Efeito de íons na pré-concentração de cádmio, cobalto e níquel

CARACTERÍSTICAS ANALÍTICAS

A Tabela 2 apresenta as características analíticas do presente método com a finalidade de mostrar a eficiência do sistema proposto. O desempenho do método DLLME-SFO utilizado para a determinação de cádmio, cobalto e níquel foi avaliado calculando-se algumas seguintes figuras de mérito. O limite de detecção (LD) foi calculado utilizando-se a seguinte equação: $3s_b/b$, onde s_b é o desvio padrão de dez medidas do branco e b é a inclinação da curva analítica. Analogamente, a equação $10s_b/b$ foi utilizada no cálculo do limite de quantificação (LQ). As equações das seções lineares foram obtidas através de curvas analíticas submetidas ao método proposto e à determinação direta de cada elemento no espectrômetro de absorção atômica com chama. O fator de enriquecimento (EF) foi obtido pelo quociente entre as inclinações das curvas analíticas obtidas pelo método proposto e por medida direta, respectivamente [8]. A precisão (rsd) foi expressa em termos do desvio-padrão relativo de sete medidas de soluções 10,0, 100,0 e 100,0 $\mu\text{g L}^{-1}$, de cádmio, cobalto e níquel, respectivamente. O índice de consumo (CI), definido como o volume, em mL, consumido para a obtenção de uma unidade de EF foi calculado utilizando-se a equação $\text{CI} = V(\text{mL})/\text{EF}$, onde V é o volume da amostra, em mL [8].

Parâmetro		Cd	Co	Ni
LD ($\mu\text{g L}^{-1}$)		0,4	0,4	0,6
LQ ($\mu\text{g L}^{-1}$)		1,3	1,3	2,0
EF		21	29	23
rsd (%)		5,8	4,0	4,9
Equação da curva analítica	DLLME-SFO	$A = 6,2 \times 10^{-3}C + 1,0 \times 10^{-4}$	$A = 2,6 \times 10^{-3}C + 1,1 \times 10^{-2}$	$A = 2,3 \times 10^{-3}C + 1,4 \times 10^{-2}$
	Medida direta	$A = 3,0 \times 10^{-4}C + 4,7 \times 10^{-3}$	$A = 9,0 \times 10^{-5}C + 5,0 \times 10^{-5}$	$A = 1,0 \times 10^{-4}C + 6,6 \times 10^{-3}$
CI (mL)		0,48	0,34	0,43

Tabela 2. Parâmetros analíticos do método. A: absorvância; C: concentração do elemento.

APLICAÇÃO

A exatidão de um método representa o grau de concordância entre os resultados individuais encontrados em um determinado ensaio e um valor de referência aceito como verdadeiro. É de fundamental importância observar que um valor exato ou verdadeiro é o valor obtido por uma medição perfeita e este valor é indeterminado por natureza [9]. Para avaliar a exatidão, os processos mais utilizados são: análise de materiais de referência certificados; comparação de métodos; ensaios de adição e recuperação de analito. Neste trabalho, a exatidão foi avaliada através da análise do material de referência certificado folhas de tomateiro (NIST 1573^a). Os resultados são mostrados na Tabela 3. O teste t mostrou que os resultados encontrados com a metodologia proposta não apresentaram diferenças significativas com os valores certificados para o nível de confiança de 95%.

Elemento	Quantidade (mg kg^{-1})	
	Certificada	Encontrada
Cd	$1,52 \pm 0,04$	$1,47 \pm 0,03$
Co	$0,57 \pm 0,02$	$0,58 \pm 0,04$
Ni	$1,59 \pm 0,07$	$1,63 \pm 0,09$

Tabela 2. Resultados para a determinação de cádmio, cobalto e níquel no material de referência certificado folhas de tomateiro (NIST 1573a)

A metodologia proposta foi aplicada para determinação dos metais em estudo em amostras de alface. Na tabela abaixo consta a quantidade de cada metal do estudo encontrado nas amostras de alface analisadas.

Elemento	Amostra	Quantidade (mg kg ⁻¹)		Recuperação (%)
		Adicionada	Encontrada	
1	Cd	0,0	< LD	97
		10,0	9,7 ± 0,1	
	Co	0,0	< LD	102
		10,0	10,2 ± 0,2	
	Ni	0,0	2,5 ± 0,2	96
		10,0	12,1 ± 0,4	
2	Cd	0,0	< LD	110
		10,0	11,0 ± 0,2	
	Co	0,0	< LD	106
		10,0	10,6 ± 0,4	
Ni	0,0	3,7 ± 0,1	108	
	10,0	14,5 ± 0,5		
3	Cd	0,0	< LD	98
		10,0	9,8 ± 0,2	
	Co	0,0	4,2 ± 0,1	109
		10,0	15,1 ± 0,6	
	Ni	0,0	3,8 ± 0,1	109
		10,0	14,7 ± 0,5	

Tabela 3. Resultados para a determinação de cádmio, cobalto e níquel em amostras de alface

CONCLUSÃO

A metodologia proposta utilizando microextração dispersiva com solidificação da gota orgânica suspensa foi aplicada com sucesso à pré-concentração e determinação de cádmio, cobalto e níquel em amostras de alface, com detecção por FAAS. O método apresentou eficiência, rapidez, simplicidade, baixo custo e baixo consumo de reagentes e amostra. Deve-se destacar também a elevada tolerância a íons coexistentes. Assim, o bom desempenho analítico indica que este método se apresenta como uma boa alternativa para a determinação de cádmio, cobalto e níquel em outros tipos de amostras biológicas. Devido à significativa redução das

quantidades de solventes orgânicos utilizadas, em comparação com métodos de extração líquido-líquido tradicionais, o método proposto é fortemente concordante com os princípios da química verde.

AGRADECIMENTOS

Este estudo foi financiado pela Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) - Finance Code 001. Os autores agradecem também ao suporte financeiro do Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (303736/2014-3 and 461656/2014-0) e da Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado da Bahia.

REFERÊNCIAS

1. da Silva, J.J.R.F. and J.A.L. da Silva, *A química inorgânica do cérebro: os elementos químicos eo sistema nervoso central*. 2008: Gradiva Publicações.
2. Poulik, Z. Influence of nickel contaminated soils on lettuce and tomatoes. *Scientia horticulturae*, v. 81, n. 3, p. 243-250, 1999. ISSN 0304-4238.
3. Benite, A.M.C., S.d.P. Machado, and E.J.d.L. Barreiro. Uma visão da química bioinorgânica medicinal. 2007. ISSN 0100-4042.
4. Pinto, E., et al. Changes in macrominerals, trace elements and pigments content during lettuce (*Lactuca sativa* L.) growth: Influence of soil composition. *Food chemistry*, v. 152, p. 603-611, 2014. ISSN 0308-8146.
5. Rezaee, M., Y. Yamini, and M. Faraji. Evolution of dispersive liquid-liquid microextraction method. *Journal of Chromatography A*, v. 1217, n. 16, p. 2342-2357, 2010. ISSN 0021-9673.
6. Al-Saidi, H. and A.A. Emara. The recent developments in dispersive liquid-liquid microextraction for preconcentration and determination of inorganic analytes. *Journal of Saudi Chemical Society*, v. 18, n. 6, p. 745-761, 2014. ISSN 1319-6103.
7. Ying-Ying, W., et al. Developments in liquid-phase microextraction method based on solidification of floating organic drop. *Chinese Journal of Analytical Chemistry*, v. 38, n. 10, p. 1517-1522, 2010. ISSN 1872-2040.
8. Fang, Z., L. Dong, and S. Xu. Critical evaluation of the efficiency and synergistic effects of flow injection techniques for sensitivity enhancement in flame atomic absorption spectrometry. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*, v. 7, n. 2, p. 293-299, 1992. ISSN 1364-5544.
9. Skoog, D., et al. *Fundamentos de Química Analítica-Tradução da 8ª edição norte-americana*, ed. C. Learning, 2010.

ÍNDICE REMISSIVO

A

Abordagem CTS 100, 103, 104, 106, 108, 113, 114
Ação antioxidante 10, 12, 16
Alfa-Pinene 65
Alúmen de cromo e potássio 94, 96, 98
Análise Citotóxica 67
Análise de sedimentação 27
Análise química 66
Antioxidantes 10, 11, 65, 71
Atividade antioxidante 10, 13, 15, 17, 64, 66, 69, 70

C

Cádmio 35, 36, 37, 38, 39, 40, 41, 43, 44, 45, 46
Caracterização das emulsões 23
Carboximetil-quitosana 19, 20, 21, 22, 33
Chemistry teaching 84
Cobalto 35, 36, 37, 38, 39, 40, 41, 43, 44, 45, 46
Composição química 11, 34, 64, 66, 67
Compostos fenólicos 10, 12, 16
Cymbopogon winterianus 19, 20, 34

D

Determinação do grau de substituição 22, 26
Dialética educativa 100, 102
DLLME-SFO 35, 36, 37, 40, 41, 42, 43, 44
Docagem molecular 1, 3, 6, 7, 8

E

Eficiência de encapsulamento 24, 25, 31, 33
Emulsões 19, 20, 21, 22, 23, 24, 25, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34
Energia de interação 4
Ensino de ciências 73, 74, 104, 115
Ensino de química 75, 83, 84, 86, 92, 93, 100, 102, 103, 104, 105, 106, 108, 109, 114, 115, 116
Esmaltação de cerâmicas 94, 97, 98
Extração do óleo essencial 66

F

Fitoquímica 11, 12, 17
Fontes vegetais 11
FTIR 117

I

Identificação botânica 66

L

Ligantes 3, 5, 6, 7, 8

M

Metabólitos secundários 10, 11, 21

Microextração 35, 37, 38, 42, 46

Myrtaceae 64, 65, 66, 70, 72

N

Nanoemulsões 19

Níquel 35, 36, 37, 38, 39, 40, 41, 43, 44, 45, 46

NS2B-NS3 1, 2, 3, 5, 6, 7, 8, 9

O

Ouratea fieldingiana 10, 11, 12, 13, 15, 16, 17

P

Perfil cinético de liberação 20, 25

PROEJA 83, 84, 85, 86, 87, 88, 89, 90, 91, 92, 93

Q

Quitosana 19, 20, 21, 22, 27, 33

R

Raios-X 62, 63

T

Testes fitoquímicos 12

Theories of Learning 100, 101

Titulação potenciométrica 22, 26

Tratamento de resíduos de cromo (VI) 97

Tubos de Crookes 50

Z

Zika 1, 2, 3, 5, 6, 7, 8, 9

 **Atena**
Editora

2 0 2 0