

## A 2,2' — DIPIRIDIL CETOXIMA, COMO REAGENTE PARA DETERMINAÇÃO ESPECTROFOTOMÉTRICA DO COBALTO.

ANTONIO OCTAVIO JACINTHO \*\*

A presente nota relata alguns aspectos dos estudos preliminares sobre a aplicação da 2,2' — dipiridil cetoxima como reagente para a determinação colorimétrica do cobalto.

Nesta oportunidade, procurou-se principalmente analisar os problemas decorrentes da aplicação da técnica descrita por HOLLAND & BOZIC (1968), na determinação do cobalto em plantas.

### INTRODUÇÃO

Dentre os inúmeros métodos espectrofotométricos que têm sido propostos para a determinação do cobalto, nos mais diversos materiais, CLARK (1958); SANDELL (1959); HAROLD & SZOBOLOTZKY (1963); CHARLOT (1964); BURKE & DEARDORFF (1970) e outros, o que utiliza o sal nitro-R como reagente é o mais amplamente empregado, apesar das dificuldades analíticas que o mesmo apresenta.

Dentre os novos reativos que vêm sendo propostos para a determinação colorimétrica do cobalto, a 2,2' — dipiridil cetoxima apresenta características que poderão permitir a obtenção de uma técnica rápida, sensível e precisa para a avaliação de pequenas quantidades do citado elemento.

O emprego da 2,2' — dipiridil cetoxima como reagente para a determinação quantitativa de cobalto, foi proposto por HOLLAND & BOZIC (1968). O citado reativo, empregado em solução a 1% em etanol de 80 a 95%, reage instantaneamente com o cobalto formando um quelato amarelo-esverdeado, solúvel em água e que pode ser facilmente extraído em clorofórmio.

O método proposto poderá apresentar sensibilidade superior ao do sal nitroso-R e é pouco sujeito a interferências. Dentro de limites

---

\* Entregue para publicação em 10/7/72.

\*\* Professor Assistente Doutor do Depto. de Química da ESALQ.

relativamente amplos de concentração, o método segue a lei de Beer e o composto colorido, quando extraído em clorofórmio, apresenta um máximo de absorção entre os limites de 370 a 390 milimicrons de comprimento de onda.

### **MATERIAL E MÉTODOS**

Diversas modificações e variações da técnica proposta por HOLLAND & BOZIC (1968), para a determinação do cobalto, estão sendo estudadas com a finalidade de se poder aplicá-la em análise de plantas.

Deste modo, procurou-se inicialmente trabalhar com menores quantidades de cobalto, além de se extrair o composto colorido num menor volume de solvente.

Paralelamente ao estudo detalhado do método que vem sendo desenvolvido, preparou-se uma solução contendo  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$  e  $\text{Mg}^{2+}$ , em meio de  $\text{HCl}$  0,1 N, de tal modo que 5,0 ml da referida solução corresponderiam a um extrato de planta contendo níveis bem elevados dos principais interferentes do método.

As indicações para resolver os problemas dos interferentes, que HOLLAND & BOZIC (1968) propuseram, quando efetuaram este estudo isoladamente, não puderam ser empregadas devido ao aparecimento de reações secundárias quando estes interferentes foram estudados conjuntamente.

O emprego de pirofosfato, para eliminar interferência de  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$  e  $\text{Fe}^{3+}$  etc., não forneceu resultados satisfatórios.

A interferência do  $\text{Cu}^{2+}$  é notória. Tentativas de se solucionar o problema das interferências com fluoretos, trietanolamina, ácido ascórbico, fosfatos e EDTA, foram relativamente infrutíferas.

Porém, pôde ser constatado que a maioria desses problemas poderia ser contornada através do controle do pH.

A reação de formação do quelato de cobalto se processa convenientemente num intervalo de pH de 7,0 a 8,5 e a sua extração pelo solvente orgânico pode ser realizada numa faixa mais ampla de pH, o que possibilitaria o controle de certos interferentes.

A referida técnica está sendo estudada ao mesmo tempo em que estão sendo testados alguns agentes complexantes. A solução tampão a ser empregada para o controle do pH ao redor de 7,5, também atua no sentido de reduzir o efeito de alguns íons sobre a determinação do cobalto.

## RESULTADOS OBTIDOS

A nova técnica forneceu resultados satisfatórios quando aplicada a soluções puras. Quantidades de cobalto, variando de 1 a 10 microgramas, reagem em meio de citrato em pH ao redor de 7,5 e o composto colorido formado é extraído com 5,0 ml de clorofórmio, fornecendo uma solução linear entre a absorbância e as concentrações de cobalto, conforme pode-se observar através dos dados que seguem:

Relação entre a absorbância e as concentrações de cobalto de soluções padrões. Extração com 5,0 ml de clorofórmio e leituras contra prova em branco a 385 milimicrons de comprimento de onda.

Microgramas de cobalto nos 5,0 ml do solvente	Absorbância
0,0	0,00
2,0	0,12
4,0	0,24
6,0	0,35
8,0	0,46
10,0	0,58

Em soluções puras, o método apresenta-se bastante preciso.

O estudo dos demais aspectos do método está sendo desenvolvido e novas modificações poderão ser propostas.

Deverá ser recomendada uma técnica para a determinação do cobalto em plantas onde o extrato possa ser preparado a partir de 2,0 ou no máximo 3,0 gramas da amostra.

## SUMMARY

### THE 2,2' — DIPYRIDYL KETOXIME, AS REGENT FOR SPECTROPHOTOMETRIC DETERMINATION OF COBALT.

In this short communication the author relates some preliminary studies about the application of 2,2' — dipyridyl ketoxime, as reagent for a spectrophotometric determination of cobalt.

Problems that appear in the application of the HOLLAND & BOZOC (1968) technics for plant analysis, were discussed.

**LITERATURA CITADA**

- BURKER, W. & E. R. DEARDORFF, 1970 — Simultaneous spectrophotometric determination of cobalt, nickel and copper with 2, 3 — quinoxalinedithiol. *Talanta*, 17(255-64).
- CHARLOT, G., 1964 — Colorimetric Determination of Elements. (trad. da 12.<sup>a</sup> ed. francesa) Elsevier Publishing Company — Amsterdam — London — New York, 449 pp.
- CLARK, L. J., 1958 — Cobalt determination in soil and rocks with 2-nitroso-1-naphthol. *Anal. Chem.* 30(6):1153-56.
- HAROLD, F. V. & E. SZOBOLOTZKY, 1963 — Determination of microgram quantities of cobalt in beer. *J. of the Inst. of Brewing.* 69(253-58).
- HOLLAND, W. J. & J. BOZIC, 1968 — Rapid spectrophotometric determination of cobalt with 2,2' — dipyridyl ketoxime. *Talanta*, 15(843-47).
- SANDELL, E. B., 1959 — Colorimetric Determination of traces of Metals, 3<sup>rd</sup> Ed. New York, Interscience Publishers Inc., 1032 pp. (Chemical Analysis, Vol. III).