

Medidas turbidimétricas empregando sistemas de análises em fluxos com mini-bombas solenóides para determinação de sulfato em águas.

Wanessa Roberto Melchert (PG)*, Fábio R. P. Rocha (PQ)

Instituto de Química, Departamento de Química Fundamental, Universidade de São Paulo. *wanemelc@iq.usp.br

Palavras Chave: Turbidimetria, sulfato, análises em fluxo.

Introdução

A versatilidade dos sistemas de análises em fluxo pode ser aumentada utilizando dispositivos discretos como válvulas ou bombas solenóides¹. Estes dispositivos são controlados por microcomputadores e permitem a inserção de amostras e reagentes somente nas quantidades realmente necessárias para implementar o procedimento analítico, resultando em consumo de soluções da ordem de microlitros¹. Nesse trabalho, desenvolveu-se um procedimento analítico para a determinação de sulfato em águas naturais baseado em sistema de análises em fluxo com mini-bombas solenóides.

Resultados e Discussão

O método é baseado na reação de precipitação de sulfato com íons bário(II). Inconvenientes causados pelo acúmulo de sólidos no interior do sistema foram evitados pela adição de um agente estabilizador de suspensões (Tween 80). O módulo de análise empregado é mostrado na Figura 1 e foi operado de acordo com a seqüência de acionamento descrita na Tabela 1.

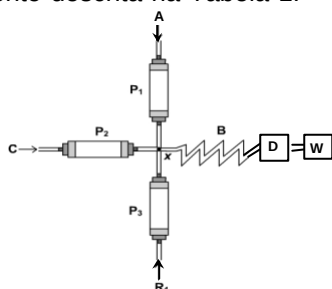


Figura 1. Diagrama de fluxo para determinação de sulfato. **P₁-P₃**=mini-bombas solenóides, **A**=amostra, **C**=transportador (H₂O), **R₁**=reagente, **B**=bobina de 50cm, **D**=detector (espectrofotômetro, 410 nm) e **W**=descarte.

Tabela 1. Etapas de funcionamento do sistema com mini-bombas para determinação de sulfato.

Etapas	Descrição	P ₁	P ₂	P ₃	Pulsos
1	Inserção da amostra	1/0	0	0	6*
2	Inserção do reagente	0	0	1/0	2*
3	Transporte da zona de amostra e medida	0	1/0	0	200

*5 ciclos de amostragem; 1/0 pulso de corrente na mini-bomba.

Alíquotas de amostra e reagente (5% BaCl₂, 0,05% Tween 80 e 0,035 mol L⁻¹ HNO₃) foram alternadamente inseridas no módulo de análise, empregando o processo de amostragem binária pelas mini-bombas P₁ e P₃ com volume de aproximadamente 6 µL por pulso.

Resposta linear foi observada até 100 mg L⁻¹ (r=0,996). O limite de detecção (99,7% de confiança) e o coeficiente de variação (n=20) foram estimados em 0,60 mg L⁻¹ e 2,4%, respectivamente. A frequência de amostragem foi estimada em 50 medidas/h e porcentagens de recuperação entre 87 e 98% foram observadas.

O consumo dos reagentes diminuiu em ca. 94, 86, 70 e 57% em relação ao procedimento em batelada², com análise por injeção seqüencial, ao sistema FIA com fluxos intermitentes e ao sistema FIA com multicomutação, respectivamente.

A Tabela 2 mostra os resultados analíticos para algumas amostras de águas naturais obtidos pelos procedimentos proposto e de referência².

Tabela 2. Concentração de sulfato em amostras de águas naturais.

Amostra	Concentração de SO ₄ ²⁻ (mg/L)	
	Método proposto	Método em batelada
1	19,39±0,36	22,93
2	19,65±0,14	21,55
3	37,01±0,54	37,63
4	38,90±0,30	37,11
5	36,94±0,35	37,27

Conclusões

O procedimento proposto apresentou características típicas dos sistemas empregando mini-bombas solenóides, como portabilidade, baixo consumo de energia, melhoria das condições de mistura e reprodutibilidade no gerenciamento de micro-volumes de soluções. Adições de sulfato e etapa de limpeza com EDTA não são necessárias.

Agradecimentos

A FAPESP e CNPQ pelas bolsas e auxílios.

¹ F.R.P. Rocha, et al. *Anal. Chim. Acta* 468, 119, 2002.

² A.D. Eaton, et al. *Standard Methods* 19ª Edição, 1995.