

Determinação espectrofotométrica de Cromo(VI) empregando sistema de análises em fluxo com mini-bombas solenóides e cela de 100 cm.

Carlos M. Infante Córdoba (PG) *, Fábio R. P. Rocha (PQ)

Instituto de Química, Departamento de Química Fundamental, Universidade de São Paulo. *xinfante2000@yahoo.es

Palavras Chave: Guia de Onda, análises em fluxo, Cromo.

Introdução

A determinação de Cr(VI) em águas é muito importante dada sua alta toxicidade. Diversas técnicas para determinação de metais em baixas concentrações, como ICP-OES, ICP-MS e GFAAS, podem ser utilizadas, mas o custo de implementação é relativamente elevado. Adicionalmente técnicas espectroscópicas atômicas não permitem a diferenciação entre espécies com diferentes toxicidades. A difenilcarbazida, reagente muito utilizado para a determinação espectrofotométrica, não permite atingir os níveis de concentração estabelecidos pela legislação atual¹ (50 µg L⁻¹).

Uma alternativa para o incremento de sensibilidade em espectrofotometria consiste no aumento do caminho óptico da cela de medida, estratégia frequentemente limitada pela atenuação do feixe de radiação. Com materiais como o fluoropolímero amorfo AF2400, que se comporta como guia de ondas (liquid core waveguides) por apresentar índice de refração menor que o da água, é possível construir celas de longo caminho óptico, resultando em ganho de sensibilidade de até duas ordens de grandeza.

O processo de multicomutação permite aumentar a versatilidade de sistemas de análises em fluxo, empregando dispositivos discretos de comutação como válvulas e bombas solenóides sendo possível também a automação e/ou miniaturização. Em comparação a procedimentos em batelada e sistemas FIA com adição contínua de reagentes, os resíduos gerados são consideravelmente menores.

Nesse trabalho, desenvolveu-se um procedimento analítico para a determinação de traços de Cromo(VI) em águas, baseado em sistema de multicomutação com mini-bombas solenóides acoplado a uma cela com caminho óptico de 100cm.

Resultados e Discussão

O diagrama de fluxos apresentado na figura 1 foi operado como descrito na tabela 1. Para a cela de 1cm se observa resposta linear entre 0,1 e 3 mg L⁻¹ (r=0,999). O limite de detecção (99,7% de confiança) e o coeficiente de variação (n=10) foram estimados

respectivamente em 0,108 mg L⁻¹ e 0,8%. Para a cela de 100 cm a resposta linear foi observada entre 0,008 e 0,06 mg L⁻¹ (r=0,999). O limite de detecção (99,7% de confiança) e o coeficiente de variação (n=10) foram estimados respectivamente em 0,002 mg L⁻¹ e 0,4%. A frequência de amostragem foi estimada em 53 med./h.

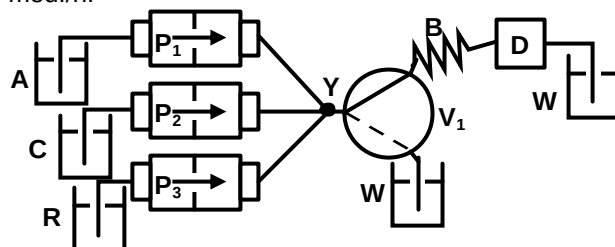


Figura 1. Diagrama de fluxos para determinação de Cr(VI). P₁-P₃=mini-bombas solenóides, V₁=Válvula solenóide, A=amostra, C=transportador, R=reagente cromogênico, B=bobina de 30cm, D=detector (espectrofotômetro, 554 nm), W=descarte.

Tabela 1. Rotina de acionamento das mini-bombas solenóides.

Etapa	Descrição	P ₁	P ₂	P ₃	pulso
1	Injeção da amostra	1/0	0	0	1*
2	Injeção do reagente	0	0	1/0	1*
3	Transporte, medida, limpeza do sistema	0	1/0	0	220

*20 ciclos de amostragem

O consumo de difenilcarbazida foi estimado em 14 µg/det., que é ca. 700 vezes inferior ao observado no procedimento análogo em batelada².

Conclusões

O método proposto é uma alternativa limpa para a determinação de Cr(VI), pois minimiza as quantidades dos reagentes sem afetar as características analíticas. Com o acoplamento à cela de longo caminho óptico é possível alcançar os limites de detecção exigidos pela legislação.

Agradecimentos

À FAPESP e CNPq pelas bolsas e auxílios.

¹ Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA), Resolução nº 357/05, 17/03/2005, 1-23.

Sociedade Brasileira de Química (SBQ)

² Eaton A.D., Clesceri L.S., Greenberg A.E., “Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater”, 19a ed., American Public Health Association, Washington, **1995**.