

## Sistema de análise em fluxo sem dispersão empregando *multisite* e multicomutação para determinação de ferro e ortofosfato em águas

Mário Almir Feres (PG)\*, André Fernando Lavorante (PG), Boaventura Freire dos Reis (PQ)

\*marioferes@hotmail.com

Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Universidade de São Paulo, CP 96, 13400-970, Piracicaba, SP, Brasil.

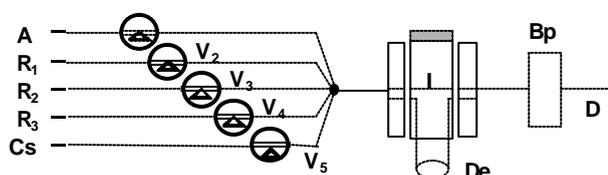
Palavras Chave: *Multisite*, *Multicomutação*, *FIA*

### Introdução

Ortofosfato e Ferro são espécies químicas de grande interesse em águas de abastecimento. O monitoramento destes analitos é necessário para avaliar a qualidade das águas<sup>1</sup>. A disponibilidade de procedimentos analíticos de alta sensibilidade e baixa geração de efluentes seria desejável<sup>2</sup>. Esta condição pode ser alcançada empregando o processo de multicomutação em fluxo associado à técnica *multisite*. Esta associação tem potencial para explorar reação de cinética rápida ou lenta sem alterar a estrutura física do módulo de análise, qual foi implementada neste trabalho. O sistema de detecção fotométrica compreendia um fotodiodo e dois LEDs acoplados em série à cela. Um LED indicava o enchimento da cela com a mistura amostra/reagentes e outro era usado para a detecção do composto formado com o analito. As condições operacionais foram ajustadas para que o volume da zona da amostra fosse igual ao da cela de fluxo. A viabilidade do sistema foi avaliada desenvolvendo procedimentos analíticos para determinação de ferro e ortofosfato em águas.

### Experimental

O sistema de detecção fotométrica foi construído em nosso laboratório empregando um fotodetector (IPL10530DAL), um amplificador operacional (OP07) e dois LEDs (verde e vermelho) como fontes de radiação. Para a determinação de ferro, o enchimento da cela de fluxo era monitorado com o LED vermelho ( $\lambda = 660$  nm) e a leitura era efetuada com o LED verde ( $\lambda = 540$  nm). Para a determinação de fosfato os LEDs eram empregados em ordem oposta à descrita para o ferro. Os reagentes usados foram 1,10-fenantrolina 0,25 % (m/v) e molibdato de amônio 0,3 % (m/v) para ferro total e fosfato, respectivamente, e ácido ascórbico 1,0 % (m/v) como meio redutor nos dois casos.



**Figura 1. Diagrama de fluxo.** A = amostra; R<sub>1</sub> = ácido ascórbico; R<sub>2</sub> = 1,10-fenantrolina; R<sub>3</sub> = molibdato de amônio Cs = Ar; V<sub>1</sub> - V<sub>5</sub> = válvula solenóide de estrangulamento; Bp = bomba peristáltica; Det = detector; D = descartar; I = injetor automático.

### Resultados e Discussão

A configuração da cela de fluxo em "Z" permitiu o acoplamento dos LEDs e do detector direto nas janelas de observação. O diagrama de fluxo utilizado pode ser visto na figura 1. Os parâmetros investigados foram: volumes das alíquotas das soluções de amostra e reagentes; tempo de desenvolvimento da reação. Para os dois analitos os melhores resultados foram obtidos inserindo os seguintes volumes: 80  $\mu$ L de ácido ascórbico, 80  $\mu$ L de 1,10-fenantrolina, 80  $\mu$ L molibdato de amônio e 240  $\mu$ L de amostra. O sistema apresentou as seguintes características para ferro total: resposta linear entre 0,1 e 2,0 mg L<sup>-1</sup> (R = 0,9974); limite de detecção 0,013 mg L<sup>-1</sup>; desvio padrão relativo 0,9 % (n = 11); e frequência de amostragem, 54 determinações por hora. Para ortofosfato obteve-se resposta linear entre 0,1 e 4,0 mg L<sup>-1</sup> (R = 0,9988); limite de detecção de 0,030 mg L<sup>-1</sup>; frequência de amostragem, 50 determinações por hora; e desvio padrão relativo de 0,6% (n = 11). A comparação dos resultados obtidos com os dois procedimentos em amostras de águas com os obtidos com métodos de referência não apresentaram diferença significativa em nível de confiança de 95 %.

### Conclusões

Os resultados obtidos mostraram a viabilidade do sistema. Os limites alcançados permitem a utilização do sistema para análise de águas de rios e represas sem o emprego de pré-concentração. O baixo volume de efluente gerado (400  $\mu$ L por determinação), torna o sistema bastante interessante do ponto de vista ambiental. O acoplamento do fotodetector e dos LEDs às janelas de observação da cela de fluxo, permitiu obter um equipamento compacto e de pequeno porte.

### Agradecimentos

CNPq/CTHIDRO, FAPESP, CAPES

<sup>1</sup> Fernandes, R.N. e Reis, B.F. *Talanta*. **2002**, 58, 729.

<sup>2</sup> Feres, M.A. e Reis, B.F. *Talanta*. **2005**, 68, 422.