

## Determinação de carbono total em águas por injeção em fluxo bifásico não – segmentado (FBNS)

Alexandre Correa de Lima (PG), Astréa F. de Souza Silva (PQ), André Fernando Oliveira\* (PQ) – [ferqa@umc.br](mailto:ferqa@umc.br)

Laboratório de Pesquisa em Química Analítica e Físico-Química, Universidade Mogi das Cruzes UMC/OMEC – Av. Candido X. A. Souza, 200 V. Partênio, 08780-911

Palavras Chave: Carbono total, FBNS, oxidação de matéria orgânica.

### Introdução

Sistemas de injeção em fluxo com etapa de aquecimento elevado estão usualmente associados com a elevação da pressão hidrodinâmica e a formação de bolhas que diminui a repetibilidade do sinal analítico. Além disso, são também complexos e necessitam de etapas de resfriamento e/ou desborbulhamento. Utilizando-se do sistema FBNS [1] de aquecimento, há um grande aumento na eficiência de aquecimento, obtendo-se as fases: líquido/vapor sem segmentação entre si, que permite a manutenção do perfil de escoamento com dispersão controlada. Além disso, a substituição do forno de microondas por resistências elétricas[2] apresentou eficiência equivalente na formação do FBNS, com a vantagem de reduzir o tamanho físico, a potência consumida, além de não necessitar de um sistema *dummy-load* para eliminação da potência liberada pelo forno de microondas.

O presente trabalho envolve a determinação de carbono total em águas pela oxidação a quente com persulfato e determinação do CO<sub>2</sub> liberado em uma câmara com leito de reagente.

**Metodologia:** Utilizou-se de uma bomba peristáltica IPC-8 (Ismatec), um injetor comutador manual, em acrílico, tubos de polietileno e PTFE de 0,8 mm de diâmetro interno. Para o aquecimento foram utilizadas duas resistências elétricas (para aquário) com potência de 50 W e 220V cada. A determinação de carbono total deu-se com a inserção de uma solução de referência em fluxo carregador confluindo com AgNO<sub>3</sub> em meio ácido e K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>. A mistura foi conduzida para o sistema de aquecimento FBNS, onde ocorreu a oxidação da matéria orgânica e conseqüente liberação do CO<sub>2</sub>. As duas fases então geradas foram conduzidas à câmara com leito de reagente, que descarta a fase líquida e permite que a fase vapor entre em contato com um leito de azul de bromotimol. A formação da espécie básica do reagente foi monitorada em 616 nm em um espectrofotômetro Micronal B442. Foram testados glicose e ftalato ácido de potássio como modelos de compostos de fácil e difícil oxidação, respectivamente.

### Resultados e Discussão

As variáveis avaliadas foram, volume de amostra, vazão total, vazão de aspiração do azul de bromotimol além de sua concentração total e pH. Além disso, as concentrações de persulfato de potássio, de íon prata e ácido nítrico, e a potência das resistências elétricas também foram otimizadas. Em todos os estudos foi avaliada a sensibilidade na condição de estudo, ou seja, a inclinação da curva analítica. Inicialmente foram otimizadas as condições de trabalho da câmara de leito de reagente utilizando bicarbonato como referência e ácido nítrico apenas como reagente. A eficiência de oxidação foi realizada comparando-se a sensibilidade obtida com a aquela utilizando bicarbonato como referência. A condição ótima dessa etapa foi obtida para azul de bromotimol 5.10<sup>-5</sup> mol/L em pH 6,66 numa vazão de 1,13 mL/min, a vazão do cromóforo de 1,327 mL/min e uma bobina reacional de 70 cm (após a câmara).

Após essa otimização, as condições de oxidação da matéria orgânica foram estudadas. Após a avaliação das variáveis definiram-se as condições de trabalho: a concentração do K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> de 25 %/(m/V), de prata 50 mmol/L, de ácido nítrico 0,375 mol/L, alça de amostra de 1000µL e potência das resistências de 100W. A conversão da matéria orgânica a CO<sub>2</sub> foi em torno de 100% para ambos compostos. A faixa analítica obtida foi de 0,31 mmolC/L a 2,5 mmolC/L, com sensibilidade em torno de 22,55 L/mol. O LOD obtido foi de 0,03 mmol/L e a frequência analítica de 100 h<sup>-1</sup>.

A comparação dos resultados para amostras de águas de rios com aqueles obtidos em um TOC (Shimadzu) apresentou a equação  $c(\text{FBNS})=0,98.c(\text{TOC})+0,01$  não havendo diferenças significativas entre ambos métodos.

### Conclusões

O sistema de injeção em fluxo bifásico não segmentado (FBNS) para a determinação de carbono total foi implementado. Observaram-se as condições operacionais em que a eficiência de oxidação obtida foi muito próxima de 100%, com sensibilidade em torno de 22,55 L/mol e faixa analítica de 0,31 mmol C/L a 2,5 mmol C/L.

## Agradecimentos

FAPESP, FAEP/UMC

[1] Oliveira, AF; Diniz, M. C. T.; Nóbrega, J. A;F atibello-Filho, O;  
Talanta, 55, n. 4, p. 677-684, 2001.

[2]Lima, A.C.; Silva, A.F.S.; Oliveira, A.F., 13º ENQA, Niterói,  
2005.