

Sistema de análise em fluxo empregando multisite e multicomutação para redução do volume de efluente na determinação turbidimétrica de cloreto em águas.

Gláucia Pessin Vieira¹ (PG)*, Mário Almir Feres Junior¹ (PQ) e Boaventura Freire dos Reis¹ (PQ).

gvieira@cena.usp.br

¹Centro de Energia Nuclear na Agricultura - USP, Avenida Centenário 303, Bairro São Dimas, Piracicaba-SP, CEP 13400-970.

Palavras Chave: Multisite, Multicomutação, Cloreto, FIA, Fotometria, LED, Águas.

Introdução

O cloreto é um ânion que pode ser encontrado em águas em concentrações de até 200 mg L⁻¹. O método espectrofotométrico mais utilizado para sua determinação usa tiocianato de mercúrio^[1], que é um elemento com restrição de ordem ambiental. Cromatografia de troca iônica é uma das técnicas mais utilizada para determinação de cloreto^[2], entretanto, emprega instrumentos de alto custo. Nesse sentido, procedimento analítico baseado em multicomutação poderia reduzir o custo. O pequeno porte da instrumentação permitiria a determinação de cloreto em águas no ponto de coleta. Então neste trabalho foi desenvolvido um procedimento analítico para determinação de cloreto por turbidimetria, empregando multicomutação em fluxo e multilocalização do detector [3]. Como detector foi empregado um fotômetro de LED como detector.

Resultados e Discussão

O método empregado foi o baseado na reação de prata com cloreto e detecção da turbidez a 426 nm. A turbidez é função da concentração de cloreto presente na amostra, então foi utilizada como parâmetro para a determinação. O módulo de análise foi constituído por três válvulas solenóides de estrangulamento, um injetor e um automático. O sistema de detecção era formado por um fotodiodo IPL10530DAL, um LED ($\lambda = 426$ nm), os quais foram acoplados à cela de fluxo formando uma unidade compacta. A cela de fluxo em "Z" favorecia a limpeza, e assim evitando a permanência de bolhas de ar. Um sistema de comutação formado por um injetor automático permitia a detecção com a zona da amostra parada. Um fluxo de ar deslocava a zona da amostra para o descarte após a leitura do sinal. O software de controle e aquisição de dados escrito em QuickBasic 4.5 realizava todas as operações, incluindo o reconhecimento quando a cela de fluxo estava cheia. Os volumes das alíquotas solução de nitrato de prata (0,1 mol L⁻¹) e da amostra foram investigados variando o tempo de acionamento das válvulas solenóides. Após a otimização foram

estabelecidos os volumes inseridos em cada ciclo de amostragem, sendo 6,8 μ L para a amostra e 17 μ L para a solução de nitrato de prata. Considerando-se que o número de ciclos de amostragem foi mantido em 10, então o volume da zona da amostra retido era 258 μ L. As soluções de referência de cloreto com concentrações de 0,5; 1,0; 2,0 e 3,0 mg L⁻¹ foram utilizados para obter a curva analítica. Dez amostras de águas coletadas em diferentes pontos de dois rios da região de Piracicaba-SP, e também amostras de águas de chuva foram analisadas. A concentração de cloreto variou de 0,77 a 1,03 mg L⁻¹ de cloreto. Os resultados foram comparados com os obtidos usando um método independente [1]. Não foi observada diferença significativa em nível de confiança de 95 %. Outras características tais como faixa linear de trabalho entre 0,5 e 3,0 mg L⁻¹ de Cl⁻, (R = 0,999); limite de detecção de 0,01 mg L⁻¹ de Cl⁻; consumo de reagente e de amostra 170 e 68 μ L por determinação, respectivamente; volume de efluente 238 μ L; e frequência analítica de 80 determinações por hora foram obtidas.

Conclusões

O emprego do processo multisite para efetuar a detecção com zona da amostra parada na cela de fluxo agregou melhoria na relação sinal/ruído. O transporte da zona da amostra para o descarte empregando um fluxo de ar permitiu uma grande redução do volume de efluente gerado. Os resultados mostraram que o método turbidimétrico para determinação de cloreto é uma alternativa ao procedimento usual baseado na reação com tiocianato de mercúrio.

Agradecimentos

CNPq/CT-HIDRO, CAPES, FAPESP.

¹ Iwasaki, I.; Utsumi, S.; Hagino, K. e Ozawa, T.A. Bulletin of the Chemical Society of Japan. 1956, 29, 860.

² Chassaniol K.; Thomas D. LC GC Europe. DEC 2006, 48.

³ Nobrega, A.R.A.; Brienza, S.M.B.; Zagatto, E.A.G.; Lima, J.L.F.C. e Araujo, A.N. Anal. Chim. Acta. 1993, 276, 121.