

Desenvolvimento de cela de fluxo de caminho óptico longo. Uma alternativa para determinações fotométricas de baixas concentrações.

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: Cela de Fluxo, Multicomutação, Nitrito, Fotometria, LED, Águas.

Introdução

Sistemas de análise em fluxo empregando espectrofotometria são largamente citados na literatura como alternativa para a redução de efluentes e maior produtividade analítica^[1]. Atualmente, a espectrofotometria, a pesar de sua simplicidade, tem perdido espaço para técnicas instrumentais mais sensíveis^[2]. O emprego de cela de fluxo com caminho óptico longo seria uma alternativa para melhorar a sensibilidade dos métodos. O custo elevado e as dificuldades de adaptação em equipamentos comerciais têm limitado o alcance deste recurso. Visando contornar essa dificuldade, desenvolvemos celas de fluxo com caminho óptico de 50 a 200 mm, idêntica a mostrada na figura 1. O LED e o fotodetector foram acoplados às janelas de observação (jv) para permitir ótimo aproveitamento da radiação emitida pelo LED. A intensidade de emissão era ajustada por meio de um resistor variável.

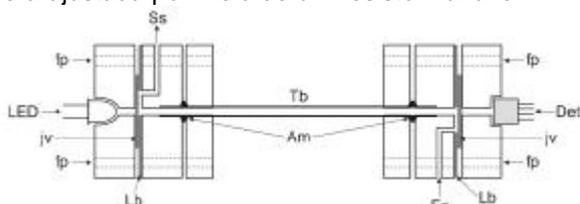


Figura 1. Vista em corte da cela de fluxo. LED = diodo emissor de luz, $\lambda = 530$ nm; fp = furos para parafuso; Jv = janela de vidro; Lb = lâmina de borracha; Tb = tubo de vidro, diâmetros interno e externo de 2,0 e 6,0 mm; Am = anéis de vedação; Es e Ss = entrada e saída de fluido; Det = fotodetector, (RS) 10530DAL.

O módulo de análise baseado no processo de multicomutação em fluxo foi desenvolvido empregando válvulas solenóide de estrangulamento, e bomba peristáltica para propulsão de fluido. Para controlar o módulo de análise e efetuar a aquisição de dados foi empregado um microcomputador equipado com as interfaces necessárias e um software escrito em Quick BASIC 4.5.

Resultados e Discussão

O método de determinação de nitrito baseado na reação de Griess foi escolhido para demonstrar a viabilidade de uso das celas. O composto formado tem máximo de absorção em 540 nm, então utilizamos um LED com máximo de emissão em 530 nm. Os experimentos foram feitos com celas de fluxo com de caminho óptico de 10 (cela usual), 50, 100, 150 e 200 mm, usando soluções de referência com concentrações de nitrito na faixa de 0,050 a 1,00 mg L⁻¹. O volume de cada alíquota das soluções de referência e do reagente inserida em cada ciclo de amostragem foi estabelecido em 20 μ L. Para os testes com as celas de 10, 50 e 100 mm de comprimento foram programados 20 ciclos de amostragem, enquanto que para as de 150 e 200 mm foram executados 40 ciclos. No primeiro caso, o volume inicial da a zona da amostra era 400 μ L e no segundo era 800 μ L. A inserção de volumes maiores do que o volume das celas visava minimizar o efeito da dispersão da amostra no interior da cela de fluxo. Para as 4 celas propostas obteve-se resposta linear na faixa de concentrações de 0,05 e 1,0 mg L⁻¹ de NO₂⁻, coeficiente de correlação de 0,9991, limite de detecção de 0,01 mg L⁻¹. Embora as celas de 150 e 200 mm apresentassem sinais de maior magnitude, ocorria um aumento do ruído e em vista disso, não houve ganho nos limites de detecção.

Conclusões

Considerando os resultados obtidos, podemos concluir que as celas de fluxo de caminho óptico longo propostas neste trabalho é viável para sistemas de análise química em fluxo. Do ponto de vista técnico, ainda há aperfeiçoamentos a serem feitos, principalmente para facilitar a remoção de pequenas bolhas gás (ar) que ficam retidas no encaixe do tubo de vidro nos suportes. Também, o sistema de condicionamento de sinal precisa ser melhorado, pois diminuindo o nível de ruído pode-se melhorar o limite de detecção da cela de 200 mm de comprimento.

Agradecimentos

CNPq/CTHIDRO, CAPES, FAPESP.

¹ Lavorente A.F.; Feres M.A.; Reis B.F. Spec. Letters. 2006. 39.631.

