

Emprego do processo de multicomutação em fluxo para desenvolver procedimento analítico com auto-aferição. Determinação de ferro(III) em digeridos de material vegetal.

Carla Cripa Crispino¹(PG), Milton Batista da Silva¹(PG), Boaventura Freire dos Reis²(PQ)

¹ Universidade Federal de São Carlos, Departamento de Química, São Carlos – SP.

² Centro de Energia Nuclear na Agricultura, CENA - USP, Piracicaba – SP.

*e-mail: carlota651@yahoo.com.br

Palavras Chave: **multicomutação, auto-aferição, determinação fotométrica.**

Introdução

Quando desenvolvemos um procedimento analítico é necessário provar que o mesmo produz resultados precisos e exatos. A precisão é facilmente comprovada avaliando o desvio padrão relativo obtido processando uma amostra tomada como referência. Quanto à exatidão empregam-se amostras de referência certificada ou outro método de determinação. Muitas vezes não se tem acesso à amostra certificada, o que nos leva a segunda opção sendo necessário então processar as amostras duas vezes. Em vista disso, em condição de análise de rotina, raramente amostras são processadas para verificar a exatidão, o que pode incorrer em erros se houver variação na matriz da amostra. Esta deficiência poderia ser contornada empregando a determinação simultânea por dois procedimentos analíticos independentes. Em princípio, poderíamos empregar dois procedimentos espectrofotométricos, entretanto dificuldades de ordem técnica como a associação de dois espectrofotômetros tem inviabilizado a implementação de sistemas analíticos com essa característica. Neste trabalho, é proposto um sistema que efetua a determinação sequencial por amostra empregando dois métodos fotométricos distintos.

Resultados e Discussão

O módulo de análise foi baseado no conceito de multicomutação em fluxo^{1,2} e pode manipular diferentes soluções de reagentes empregando o mesmo percurso analítico. Como detector foi empregado um fotômetro desenvolvido no laboratório, o qual emprega um LED como fonte de radiação ($\lambda = 474$ nm) e um fotodiodo como transdutor de sinal. Para demonstrar a viabilidade do sistema foram selecionados os procedimentos para determinação fotométrica de ferro(III) usando tiocianato 1 % (m/v) e ácido salicílico 0,7 % (m/v) como reagentes cromogênicos. Estes dois reagentes em meio ácido reagem com ferro(III) formando compostos que absorvem radiação eletromagnética com máximo em torno de 480 nm. Neste sentido, um LED com máximo de emissão em 474 nm, poderia ser empregado como fonte de radiação.

A cela de fluxo, a fonte de radiação (LED) e o foto-detector foram acoplados na mesma unidade visando melhorar as condições de aproveitamento do feixe de radiação. Este arranjo permitiu o emprego de uma cela com caminho óptico de 50 mm. O procedimento proposto foi aplicado à determinação de ferro(III) em amostras de material vegetal e de ração para animais. As amostras foram mineralizadas empregando o processo de digestão ácida (nitro-perclórica). Aplicando teste-*t* pareado aos resultados obtidos pelos dois procedimentos foi verificado que não havia diferença significativa em nível de confiança de 95 %. Para os dois procedimentos observaram-se as seguintes características analíticas: faixa de resposta linear de 0,5 a 15 mgL⁻¹ Fe³⁺; desvios padrão relativo de 1,0 %; limite de detecção de 0,08 mgL⁻¹ e 0,40 mgL⁻¹ para o método com tiocianato e ácido salicílico, respectivamente; consumo de reagentes 0,71 mg de tiocianato e 2,5 mg de ácido salicílico por determinação; e frequência analítica de 48 determinações por hora.

Conclusões

Os resultados obtidos permitem concluir que a implementação de dois procedimentos analíticos para efetuar a determinação do analito de forma sequencial por amostra é exequível. Neste sentido, torna-se viável a disponibilidade de procedimentos analíticos capazes de fornecer, praticamente, em tempo real a exatidão dos resultados. Neste caso, a implementação dos dois procedimentos foi facilitada, tendo em vista que as duas reações ocorrem em meio ácido, e apresentam absorção de radiação na mesma faixa de comprimento de onda. Entretanto, acreditamos que o emprego do processo de multicomutação em fluxo associado a sistemas de detecção de pequeno porte, tais como fotômetro baseado em LED e fotodiodo, permitirá a aplicação de auto-aferição para outros analitos.

Agradecimentos

CAPES e CNPq.

¹ Reis, B.F., et al. *Analytica Chimica Acta*. **1994**, 293, 129.

² Lavorante A.F., et al. *Spectroscopy Letters*. **2006**, 39, 631.