

# Procedimento analítico limpo para determinação fluorimétrica de cianeto dissociável em ácido em sistema FIA com multicomutação.

Carlos M.C. Infante (PG) \*, Fábio R. P. Rocha (PQ)

Instituto de Química, Departamento de Química Fundamental, Universidade de São Paulo. \*xinfante2000@yahoo.es

Palavras Chave: Química limpa, Cianeto dissociável em ácido, fluorimetria, multicommutação.

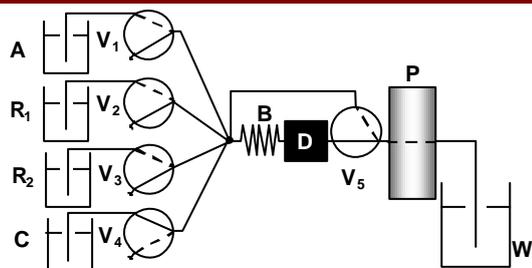
## Introdução

O cianeto é um poluente altamente tóxico, utilizado na indústria galvânica e em atividades de mineração, entre outras. O parâmetro "cianeto dissociável em ácido" (WAD do inglês "weak acid dissociable"), indica o risco de contaminação em caso de diminuição do pH das águas, estimando a concentração de cianeto livre e potencialmente dissociável. A destilação ou difusão gasosa são utilizadas para o fracionamento.

Muitos procedimentos analíticos são baseados na reação de Köning [1] que apresenta alguns problemas: utilização de reagentes tóxicos (cloramina-T, piridina e ácido barbitúrico) em grandes quantidades, gerando quantidades elevadas de resíduos; reação lenta (8 min), resultando em frequência analítica baixa, além de interferências em águas naturais. A multicommutação permite agregar características analíticas desejáveis a procedimentos em fluxo como: robustez, versatilidade e drástica redução do volume de amostra, reagentes e do resíduo gerado, em comparação a procedimentos em batelada ou sistemas FIA com adição contínua de reagentes [2]. O reagente o-ftalaldeído (OPA) é utilizado para formar produtos altamente fluorescentes e foi previamente explorado, para a determinação de WAD e de cianeto total [3].

Nesse trabalho, desenvolveu-se um procedimento analítico limpo para a determinação de WAD em águas naturais baseado em sistema FIA com multicommutação com válvulas solenóides (Fig.1), detecção por fluorimetria e etapa prévia de difusão gasosa.

## Resultados e Discussão



**Figura 1.** Diagrama de fluxos para determinação de cianeto.  $V_1$ - $V_5$ = válvulas solenóides de 3 vias; **A**= amostra; **C**= transportador;  $R_1$ =  $1 \times 10^{-3}$  mol  $L^{-1}$  OPA;  $R_2$ =  $1 \times 10^{-3}$  mol  $L^{-1}$  Glicina; **B**= Bobina de 100-cm; **P**= Bomba peristáltica; **D**=fluorímetro; **W**: descarte.

Resposta linear foi observada entre 1 e 200  $\mu g L^{-1}$  ( $r=0,999$ ). O limite de detecção (99,7% de confiança) e o coeficiente de variação ( $n=10$ ) foram estimados em 0,48  $\mu g L^{-1}$  e 3,4%, respectivamente. Sensibilidade 2 vezes maior foi observada pela retenção da zona de amostra por 60s. A Tabela 1 mostra a comparação da frequência de amostragem, consumo de reagentes e geração de resíduos em alguns procedimentos para determinação de cianeto. O consumo diminui ca. 230 vezes para OPA, sendo evitado o uso das substâncias altamente tóxicas empregadas no método em batelada[1]. Os resultados para 5 amostras de águas naturais foram concordantes com os obtidos pelo procedimento de referência [1] a nível de confiança de 95%.

**Tabela 1.** Comparação entre procedimentos para determinação de WAD em fluxo

Parâmetros	S. Proposto	FIA <sup>[3]</sup>
Freq. de amostragem ( $h^{-1}$ )	21	12
(OPA) o-ftalaldeído ( $\mu g$ )	5,6	1300
Glycina ( $\mu g$ )	6,7	751
Efluente/determinação (mL)	0,9	7,5

## Conclusões

O procedimento proposto é uma alternativa limpa para a determinação de WAD, pois evita os inconvenientes do método em batelada e minimiza as quantidades dos reagentes e a geração de resíduos do método fluorimétrico. As características analíticas possibilitam determinar o WAD em águas naturais .

## Agradecimentos

A FAPESP e CNPq pelas bolsas e auxílios.

<sup>1</sup> L.S. Clesceri, A.E. Greenberg, A.D. Eaton, M.A.H. Franson, *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, American Public Health Association, Washington, DC, 20th edn, **1998**, 4-39.

<sup>2</sup> F.R.P. Rocha, B.F. Reis, E.A.G. Zagatto, J.L.F.C. Lima, R.A.S. Lapa, J.L.M. Santos, *Anal. Chim. Acta*, **2002**, 468, 119.

*Sociedade Brasileira de Química ( SBQ)*

<sup>3</sup> E. Miralles, D. Prat, R. Campañó, M. Granados, *Analyst*, **1997**, 122, 553.