

## Determinação espectrofotométrica de cloro livre em sistema de análises em fluxo com micro-bombas solenóides

Wanessa Roberto Melchert (PG)\*, Fábio R. P. Rocha (PQ) \*wanemelc@iq.usp.br

Instituto de Química, Departamento de Química Fundamental, Universidade de São Paulo

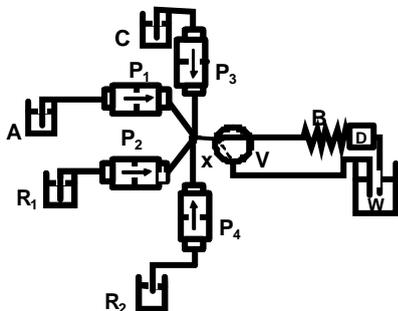
Palavras Chave: Análises em fluxo, micro-bombas solenóides, espectrofotometria, hipoclorito, cloro.

### Introdução

A multicomutação é um processo que permite aumentar a versatilidade de sistemas de análises em fluxo, pela utilização de dispositivos ativos de comutação como válvulas e bombas solenóides. O uso desses dispositivos permite a inserção de amostras e reagentes somente nas quantidades realmente requeridas para a implementação do procedimento analítico. O presente trabalho trata do desenvolvimento de um procedimento para determinação de espécies de cloro livres ( $\text{Cl}_2$ , HOCl e OCl<sup>-</sup>) em sistemas de análises em fluxo. Para tanto, foi explorada a automação e a miniaturização do sistema, empregando micro-bombas solenóides, buscando minimizar o consumo de reagentes e a geração dos resíduos.

### Resultados e Discussão

Hipoclorito foi utilizado como espécie modelo para a determinação espectrofotométrica (515 nm), baseada na reação com N,N-dietil-p-fenilenodiamina (DPD)<sup>1</sup>. O módulo de análises empregado (Figura 1) foi construído com micro-bombas solenóides (Bio-Chem), que dispensam com precisão volumes ca. 8  $\mu\text{L}$  por pulso e foram operadas de acordo com a seqüência de acionamento descrita na Tabela 1. Para a medida dos sinais, foi empregado um detector multicanal (Ocean Optics, USB 2000), diretamente acoplado a um microcomputador. Os parâmetros analíticos otimizados estão descritos na Tabela 2.



**Figura 1** Diagrama de fluxo para determinação de cloro livre. P<sub>1</sub>-P<sub>4</sub>: micro-bombas, A: amostra, C: transportador, H<sub>2</sub>O, R<sub>1</sub>-R<sub>2</sub>: reagentes N,N-dietil-p-fenilenodiamina e tampão fosfato pH 6,3, B: bobina, D: detector, V: válvula solenóide, W: descarte e x: ponto de confluência.

**Tabela 1.** Rotina de acionamento das micro-bombas solenóides para a determinação de cloro livre.

Etapa	P <sub>1</sub>	P <sub>2</sub>	P <sub>3</sub>	P <sub>4</sub>	Pulsos
Inserção da amostra	1/0	0	0	0	4*
Inserção reagente 1	0	1/0	0	0	1*
Inserção reagente 2	0	0	1/0	0	1*
Transporte da zona de amostra e medida	0	0	0	1/0	130

\*6 ciclos de amostragem; 1/0: pulsos de corrente na micro-bomba.

**Tabela 2.** Parâmetros otimizados.

Parâmetro	Faixa estudada	Valor selecionado
Pulso amostra	1 - 6	4
Pulso R <sub>1</sub>	1 - 5	1
Pulso R <sub>2</sub>	1 - 4	1
Ciclos de amostragem	1 - 7	6
[DPD] ( $\text{mmol L}^{-1}$ )	1,0 - 40	4,2
[Tampão fosfato] ( $\text{mol L}^{-1}$ )	0,3 - 0,7	0,4
pH do tampão	4,5 - 7,5	6,3
Bobina (cm)	20 - 70	20

Resposta linear foi observada entre 0,1 e 5,0  $\text{mg L}^{-1}$  ( $r=0,991$ ), com limite de detecção (99,7% de confiança) de 60  $\mu\text{g L}^{-1}$ . O coeficiente de variação ( $n=20$ ) e a frequência de amostragem foram estimados em 1,7 % e 100 medidas/hora, respectivamente, sendo consumidos 56  $\mu\text{g}$  DPD por determinação. O procedimento desenvolvido está sendo aplicado à determinação de cloro livre em amostras de águas.

### Conclusões

O procedimento analítico desenvolvido atende aos requisitos para a determinação de cloro livre em águas, agregando características típicas dos sistemas empregando micro-bombas solenóides, como portabilidade, baixo consumo de energia, melhoria das condições de mistura e reprodutibilidade no gerenciamento de micro-volumes de soluções.

### Agradecimentos

À FAPESP e ao CNPQ pelas bolsas e auxílios.

<sup>1</sup> Eaton, A.D.; et al. Standard Methods 19<sup>o</sup> Edição, 1995.