

Sistema de análise em fluxo para determinação de fosfato por espectrofotometria em fase sólida

Leonardo S. G. Teixeira^{1*} (PQ), José T. P. Barbosa (PG)¹, Gabriel L. dos Santos (PG)¹, Maria das Graças A. Korn (PQ)¹, Mauro Korn (PQ)², Ana Paula S. Paim (PQ)³. E-mail: *lsqt@ufba.br

¹Instituto de Química - Universidade Federal da Bahia, Campus Universitário de Ondina, 40.170-280, Salvador-BA.

²Departamento de Ciências Exatas e da Terra - Universidade do Estado da Bahia, R. Silveira Martins 2555, 41.195-001, Salvador-BA.

³Departamento de Química Fundamental - Universidade Federal de Pernambuco, Av. Prof. Luiz Freire s/n, 50740-540, Recife-PE.

Palavras Chave: Fosfato, espectrofotometria em fase sólida, FIA, azul de molibdênio.

Introdução

O método espectrofotométrico do azul de molibdênio é um dos mais utilizados para determinação de fosfato nos mais variados tipos de amostras¹. O método é baseado na reação do fosfato com íons molibdato em meio ácido, seguido de redução do heteropoliácido formado para obtenção do azul de molibdênio que possui absorção máxima em 710 nm. Medidas da absorvância do complexo devem ser realizadas em tempos pré-determinados, uma vez que a formação do produto é dependente do tempo e é instável. Além disso, a sensibilidade do método é limitada, sendo necessário o uso de aquecimento para favorecimento da reação e melhoria dos sinais analíticos².

Neste trabalho, foi utilizado um sistema de análise por injeção em fluxo (FIA) para reação do fosfato com o complexante e formação do azul de molibdênio. O complexo, uma vez formado, foi retido em sílica funcionalizada C18 depositada em uma cela de fluxo e a detecção foi realizada no próprio suporte sólido através de medidas dos sinais de absorvância em 710 nm.

Resultados e Discussão

A solução complexante foi constituída de molibdato de amônio, ácido sulfúrico, ácido ascórbico e tartarato de antimônio e potássio. No diagrama de fluxo mostrado na Fig. 1, o injetor está na posição de amostragem e o transportador (água desionizada) flui pelo percurso analítico a 1,5 mL min⁻¹. A solução complexante (R) e o fosfato (A) formam um produto que preenche a alça L2 (625 µL), enquanto L1 (100 µL) é preenchida com o eluente 0,1 mol L⁻¹ NaOH (E). Após a comutação do injetor, alíquotas do complexo formado em linha são inseridas no percurso analítico e a zona de amostra é direcionada para a cela de fluxo posicionada no caminho do percurso ótico de um espectrofotômetro onde ocorre concomitantemente a retenção do azul de molibdênio e a medida da absorvância (710 nm).

A seguir, o NaOH atinge a fase sólida eluindo o complexo.

O método permitiu a determinação de fosfato numa faixa de concentração de 0,60 a 25,0 µg mL⁻¹ com bom coeficiente de correlação ($r = 0,9988$). O coeficiente de variação do método foi estimado em 4,9% ($n=10$) e a frequência analítica foi estimada em 10 determinações por hora.

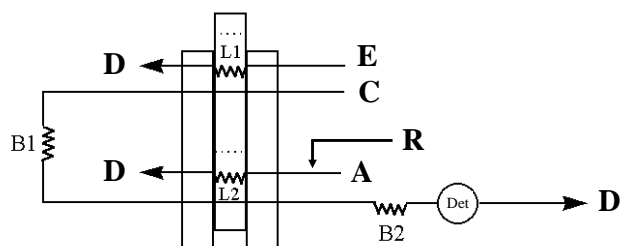


Fig. 1- Diagrama de fluxo. A = amostra; R = solução complexante (molibdato de amônio, ácido sulfúrico, ácido ascórbico e antimônio tartarato de potássio); E = eluente (NaOH); C = H₂O; L1 e L2 = alças de amostragem; B1 e B2 = bobinas, 80 e 50 cm, respectivamente. Det = espectrofotômetro; D = descarte.

Conclusões

O método desenvolvido para a determinação de fosfato é sensível e simples, apresentando a vantagem de não ser necessário o uso de aquecimento. Além disso, apresenta baixo custo uma vez que as medidas são realizadas em espectrofotômetros convencionais e pequenas quantidades de amostra e reagentes são necessárias.

Agradecimentos

Os autores agradecem o suporte financeiro do CNPq, FINEP, FAPESB e CAPES/PROCAD.

¹Korn, M.; Primo, P. M.; de Sousa, C. S. *Microchem. Journal* **2002**, 73, 273.

²Gimbert, L. J., Haygarth P. M., Worsfold P. J. *Talanta* **2007**, 71, 1624.