

Procedimento analítico automático para determinação de cobalto em fármacos empregando fotometria em fase sólida e multicomutação.

Janete Rodrigues Gonçalves¹ (PG)*, Boaventura Freire dos Reis¹ (PQ), Sheila R. Wenzel Perdigão² (TC) e Aparecida de Fátima Patreze² (TC). jrgoncalves@cena.usp.br

^{1,2}Centro de Energia Nuclear na Agricultura - USP, Avenida Centenário 303, Bairro São Dimas, Piracicaba – SP, CEP 13470-090.

Palavras Chave: Automação, Cobalto, Fármacos, Espectrofotometria em Fase Sólida, Multicomutação.

Introdução

O interesse pelo cobalto tem se mostrado crescente em diversas áreas devido à sua participação em diversas reações bioquímicas^[1]. Encontra-se em baixas concentrações em diversas matrizes, portanto sua determinação requer o emprego de métodos sensíveis. Entre as técnicas disponíveis, a espectrofotometria em fase sólida (EFS) tem sido utilizada para a determinação de cobalto em solução, apresentando como vantagens diminuição do limite de detecção, favorecido pela pré-concentração do analito na fase sólida, e redução do consumo do reagente cromogênico^[2]. Nesse trabalho foi desenvolvido um sistema EFS, compreendendo fonte de radiação eletromagnética (LED), fotodetector e cela de fluxo, os quais foram montados para formar uma unidade compacta mostrada na Fig.1. O caminho óptico formado pela fase sólida tinha 3.0 mm de comprimento e 2.0 mm de diâmetro interno. Os cilindros de vidro (Cv) funcionavam como guias de onda, permitindo a propagação do feixe de radiação do LED à entrada da cela fluxo e desta até o fotodetector. Os anéis O'Rings (Escuro) permitia a fixação mecânica dos cilindros de vidro (Cv) e evitava vazamento das soluções.

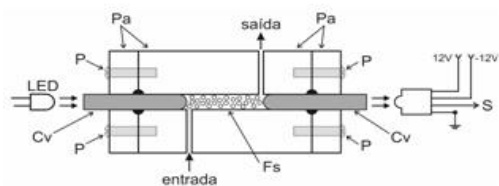


Figura 1. Vista em corte da cela de fluxo com a fase sólida. P = parafuso; Fs. = fase sólida (C₁₈); LED = diodo emissor de luz; Cv = cilindros de vidro; Pa = suporte de acrílico; S = sinal de saída (mV).

O módulo de análise baseado no processo de multicomutação em fluxo foi desenvolvido empregando válvulas solenóides de 3 vias, e bomba peristáltica para propulsão das soluções. Para controle do módulo de análise e aquisição de dados foi usado um microcomputador equipado com as

interfaces necessárias e software escrito em Quick BASIC 4.5.

Resultados e Discussão

O método de determinação foi baseado na reação de Co²⁺ com (TAN) previamente imobilizado na fase sólida. O complexo formado tem máximo de absorção em 572 nm, permitindo então que um LED com máximo de emissão em 580 nm fosse usado como fonte de radiação. Nas condições otimizadas, o sistema proposto apresentou resposta linear entre 0,05 e 2,0 mg L⁻¹ Co²⁺ (R = 0,9998); limite de detecção 0,01 mg L⁻¹ (Co²⁺) e o desvio padrão relativo de 4,2 %. As amostras de fármacos foram calcinadas e retomadas em meio ácido. O sistema proposto permitia efetuar 17 determinações por hora, consumindo por determinação 667 µL de amostra, 7,0 µL de HCl concentrado, e 0,8 µL, solução tampão de hexamina, gerando 3,0 mL de efluente. Era imobilizado 0,058 mg do reagente cromogênico e permitia efetuar 56 determinações.

Conclusões

O emprego de fase sólida na cela de fluxo causa aumento da impedância hidrodinâmica do sistema, podendo causar vazamentos. A geometria desta cela possibilitou trabalhar com caminho de 3.0 mm sem vazamento. O emprego de LED com emissão de alta intensidade (10000 mcd) permitiu que o caminho óptico da cela de fluxo fosse maior do que o usado em equipamento comercial em trabalho anterior^[3]. Portanto podemos concluir que esta geometria de cela tem desempenho superior à usada em trabalho anterior. O limite de detecção pode ser melhorado, aumentando o tempo de bombeamento da amostra através da fase sólida.

Agradecimentos

CAPES, CNPq, FAPESP, CENA/USP, IQSC/USP.

¹ Matsuoka, S.; Shiota, N.; e Yoshimura, K. *Analytical Sciences*. **2006**, 22, 177.

² Teixeira, L. S. G.; Rocha, F. R. P. *Revista Analytica*. **2003**, 5, 36.

³ Teixeira, L. S. G.; Rocha, F. R. P.; Korn, M.; Reis, B. F. e Ferreira, L. S. G. *Analytica Chimica Acta*. **1999**, 383, 309.