

Implementação de um sistema automatizado de análise em fluxo para determinação de boro em amostras vegetais.

Alexssandra L. R. M. Rossete (PQ)*, André Vargas (IC), Carlos R. Sant'Ana Filho (PG), Felipe R. Nolasco (PG), José A. bendassolli (PQ).

*alrosset@cena.usp.br

Centro de Energia Nuclear Agricultura (CENA-USP), Laboratório de Isótopos Estáveis, Cx Postal 96, CEP 13400-970, Piracicaba - São Paulo.

Palavras Chave: boro, FIA, multicomutação, amostra vegetal, automação analítica.

Introdução

O boro (B) é um micronutriente essencial para o metabolismo das plantas, animais e seres humanos. Desta forma o interesse no elemento vem aumentando na avaliação da dinâmica no sistema solo-planta¹. O trabalho tem o objetivo a montagem de um sistema simples e automatizado de análise em fluxo (FIA) para determinação espectrofotométrica de boro, em amostras vegetais, utilizando a reação com azometina-H.

O modulo de análise foi constituído por um conjunto de 4 válvulas solenóides de três vias, sendo controlado por um microcomputador com programação em QuickBASIC. O microcomputador é acoplado as unidades que compõem o sistema através de uma interface (RS 232), que ao ser acionada faz o controle do tempo de acionamento das válvulas, da velocidade da bomba e da aquisição de dados.

As amostras vegetais foram adquiridas do programa de interlaboratorial sob coordenação do laboratório de solo e nutrição de plantas da Esalq/USP. As amostras foram incineradas a 550 °C por 3 horas, até a obtenção de cinzas brancas e solubilizadas em solução de HCl 0,1 mol L⁻¹.

Resultados e Discussão

A reação colorimétrica utilizando Azometina-H é lenta, necessitando um maior tempo reacional, sendo assim optou-se por inserir menor volume de amostra/reagentes e acréscimo de ciclos de amostragem. A otimização do sistema foi obtida utilizando 30 ciclos.

A influencia da concentração da solução de Azometina-H foi avaliada e pode-se verificar que o sinal analítico é diretamente proporcional a concentração da Azometina-H. Os melhores resultados foram obtidos com solução 0,7% (m/v).

A solução de fosfato de amônio foi utilizada como tampão e adicionada à zona de amostra, este é um recurso utilizado para melhorar a sensibilidade analítica.

As características do sistema após otimização são: resposta linear de 0,25 a 5 mg L⁻¹ de B, (R > 0,99; n = 5); desvio padrão relativo de 0,5% (n = 5); frequência de amostragem de 30 determinações por hora. As condições operacionais do sistema são apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1. Condições operacionais do sistema automatizado (FIA) para determinação de boro.

Parâmetros	Tempo (s)	Volume (µL)
Amostra	18	59,4
Solução de fosfato de amônio	12	19,8
Solução de Azometina-H	12	19,8
Tempo reacional e leitura	100	330,0*

* volume utilizado de solução transportadora (HCl 0,1 mol L⁻¹)

Os resultados utilizando o sistema proposto em relação aos valores do programa interlaboratorial podem ser observados na Tabela 2. Os resultados mostraram-se satisfatórios e concordantes.

Tabela 2. Determinação de boro em amostras vegetais.

Amostras	Sistema proposto	Media do programa
3/2008	16,7 ± 1,0	21,1 ± 4,0
13/2008	293,3 ± 12,4	306,0 ± 41,0
16/2008	49,6 ± 4,4	46,3 ± 4,0

Conclusões

O sistema automatizado de análise em fluxo para determinação de boro, em amostras vegetais, mostrou-se simples e adequado apresentando boa precisão nos resultados.

Agradecimentos

Ao CENA/USP, CNPq e a FAPESP.

¹ Sah, R.N e Brown, P.H. Plant and Soil. 1997,193, 15-33.