

Desenvolvimento de Metodologia de Análise por Injeção Sequencial (SIA) para a Determinação de Amônio – Uma Abordagem Estatística

Carlos M. Infante C.¹ (PQ), Allan C. V. dos Santos¹ (PG), Jorge C. Masini¹ (PQ)

¹Instituto de Química, Universidade de São Paulo, C.P. 26077, 05513-970, São Paulo, SP, Brasil

*jcmasini@iq.usp.br

Palavras Chave: Análise por Injeção Sequencial (SIA), Amônio, Planejamento Fatorial, Espectrofotometria.

Introdução

Dentre as técnicas de análise em fluxo destaca-se a Análise por Injeção Sequencial (SIA), concebida para a automação de métodos empregando um baixo consumo de reagentes e amostra e assim atendendo a um dos princípios da Química Verde. A determinação de amônio tanto em águas naturais quanto potáveis é um importante parâmetro para garantir a preservação de diferentes ecossistemas e a saúde da população. O emprego de técnicas estatísticas visa a otimização de processos, principalmente quando um ou mais fatores que determinam a resposta estudada interagem entre si. O presente trabalho tem por objetivo empregar planejamentos fatoriais e a metodologia de superfície de resposta visando otimizar fatores reacionais para a determinação espectrofotométrica de amônio em águas naturais utilizando-se de uma modificação da reação de Berthelot¹.

Resultados e Discussão

Para a otimização do sistema (Fig. 1) foi considerado um planejamento de cinco fatores em dois níveis, e seis repetições no ponto central, a saber: R₁ - [Hipoclorito] = 20 – 40 mmol L⁻¹; R₂ - [Nitroprussiato] = 10 – 40 mmol L⁻¹; [Salicilato] = 0,1 – 0,3 mol L⁻¹; Temperatura = 25 – 45 °C, Tempo = 30 – 90 segundos.

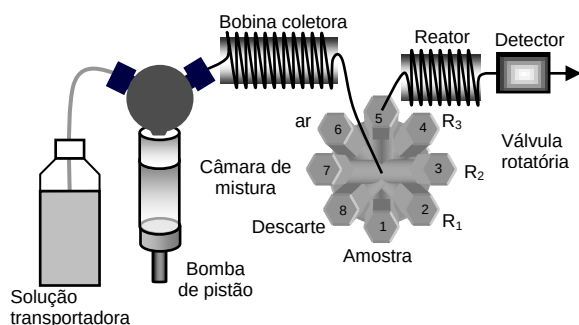


Figura 1. Sistema de injeção sequencial.

Alíquotas de amostra e reagentes foram aspiradas para a bobina coletora e enviadas para a câmara de mistura, posteriormente re-aspirados na forma de monossegmento e enviado para o reator com temperatura e tempo de parada pré-estabelecidos.

Finalmente, o monossegmento é direcionado para o detector para o registro do sinal analítico.

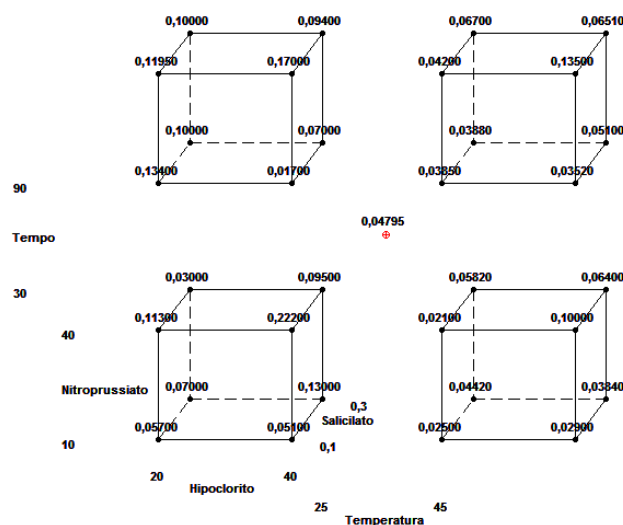


Figura 2. Representação gráfica dos experimentos realizados no planejamento 2⁵.

Nas melhores condições obtidas a curva analítica apresentou a equação: $A = (0,00200 \pm 0,00003) C_{\text{amônio}} - (0,077 \pm 0,004)$, $R = 0,999$, na faixa de concentração de 20 a 200 $\mu\text{mol L}^{-1}$. Os limites de detecção e quantificação observados foram 6,6 e 22,0 $\mu\text{mol L}^{-1}$, respectivamente. A repetibilidade determinada ($N = 10$, sol. de amônio 100 $\mu\text{mol L}^{-1}$) foi de 2,1 %.

Conclusões

O grande número de interações de 2^a e 3^a ordem observados no planejamento evidenciam que apenas uma abordagem estatística permitiria a real otimização do sistema. O SIA possibilitou a execução dos experimentos de forma rápida e eficiente, poupando o operador de tarefas repetitivas.

Agradecimentos

Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP), Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq).

¹ Nóbrega, J. A.; Mozeto, A. A.; Alberici, R. M.; Guimarães, J. L. J. *Braz. Chem. Soc.* **1995**, 6, 327.