

## Desenvolvimento de um sistema fotométrico para determinação de microcistinas em águas empregando multicomutação em fluxo

\*Gláucia Pessin Vieira (PQ), Sheila Roberta W. Perdigão (TC), Marli de Fátima Fiore (PQ), Boaventura Freire dos Reis (PQ)

\*gvieira@cena.usp.br

USP, CENA – Universidade de São Paulo, Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Laboratório de Química Analítica Avenida Centenário, nº303, C.P. 96, 13400-970, Piracicaba, São Paulo

Palavras Chave: análise por injeção em fluxo, águas, automação, microcistinas, multicomutação.

### Introdução

A microcistina apresenta alta toxidez para os seres humanos, em vista disso, a ANVISA estabeleceu em  $1,0 \mu\text{g L}^{-1}$  a concentração máxima permitida em águas potáveis. Um dos procedimentos empregado para a determinação de microcistina em águas é baseado em um *Kit* comercial (ELISA)<sup>1</sup>, o qual compreende placas com o anticorpo imobilizado e os reagentes para desenvolvimento das reações. O volume final da amostra é 200  $\mu\text{L}$ , e o sistema de detecção fotométrica não possibilita leituras com replicatas. Este trabalho envolve o desenvolvimento de processamento para leitura do sinal, com possibilidade de efetuar 3 replicatas para um volume de 200  $\mu\text{L}$ . O módulo de análise é formado por uma bomba de seringa de 2 mL, uma válvula solenóide de duplo estrangulamento, uma cela de fluxo com 40 mm de caminho óptico e volume interno de 46  $\mu\text{L}$ . O fotômetro é formado por um fotodiodo com amplificador operacional embutido no mesmo encapsulamento e um LED com máximo de em 458 nm.

### Resultados e Discussão

A determinação de microcistina envolve muitas etapas na preparação da amostra, e o volume final é de 200  $\mu\text{L}$ , portanto não é possível empregar as condições de leitura usuais em sistemas de análise em fluxo. Para contornar essa dificuldade desenvolveu-se uma cela de fluxo que permite que seja esvaziada entre uma amostra e outra, sem o risco de retenção de bolhas de ar. Este arranjo permitiu a realização de 3 replicatas por amostra. As soluções de referência foram preparadas com as seguintes concentrações de microcistina: 0,0; 0,05; 0,10; 0,15; 0,30; 0,80; e 2,0  $\mu\text{g L}^{-1}$ . O sistema de detecção fotométrica proposto apresentou resposta linear caracterizada pela seguinte equação:  $\text{sinal(mv)} = 1622,1 - 189,9\text{Cx}$  ( $R^2 = 0,999$ ), limite de detecção  $0,04 \mu\text{g L}^{-1}$ . Após o ajuste das condições operacionais, foram processadas amostras de águas de lagos e de rios da região de Piracicaba. Os resultados mostrados na Tabela 1 indicam que não

há diferença significativa em nível de confiança de 95% de probabilidade entre os resultados obtidos com o sistema proposto e os obtidos com sistema de referência.

Tabela 1. Comparação de resultados.

Amostra	Método Elisa ( $\mu\text{g L}^{-1}$ )	Método Proposto ( $\mu\text{g L}^{-1}$ )
1	0,04	$0,08 \pm 0,01$
2	0,14	$0,14 \pm 0,00$
3	0,09	$0,07 \pm 0,00$
4	0,07	$0,08 \pm 0,00$
5	0,07	$0,07 \pm 0,00$

Os resultados do sistema proposto é a média de 3 determinações consecutivas.

### Conclusões

O limite de detecção estimado,  $0,04 \mu\text{g L}^{-1}$ , é 25 vezes menor que o limite estabelecido pela ANVISA para águas potáveis. Então, podemos concluir que o sistema proposto poderia ser empregado para monitorar a presença de microcistina em águas usadas em hemodiálise, onde esta espécie química não deve estar presente. O emprego de bomba de seringa possibilitou maior maleabilidade na manipulação das soluções em comparação com o trabalho anterior, o qual empregava mini-bomba solenóide<sup>2</sup>. Neste caso, obteve-se melhora significativa na resposta linear e no limite de detecção.

### Agradecimentos

CNPq, CAPES, FAPESP, CNPq/INCTAA

[1] Carmichael, W.W.; Azevedo, S.M.F.O.; AN, J.S.; Molica, R.J.R.; Jochimsen, E.M.; Lau, S.; Rinehart, K.I.; Shaw, G.R.; Eaglesham, G.K. *Environ Health Perspect*, 109 (2001) 663.

[2] 14º Encontro Nacional de Química Analítica, João Pessoa-PB, 07-11 outubro 2007, ENQA 2007, Poster-IA 017.