

# Desenvolvimento de um Microsistema de Análise por Injeção em Fluxo à Base de Uretana-Acrilato para a Determinação de Nitrito

Laiz de Oliveira Magalhães<sup>1</sup>(IC), Janaína da C. Braga Silva<sup>1\*</sup>(PG), Alexandre Fonseca<sup>1</sup> (PQ)  
janainacbs2@gmail.com

Instituto de Química, Universidade de Brasília, CP 04478, CEP 70910-900, Brasília- DF.

Palavras Chave: Nitrito, Análise em Fluxo, Microsistemas de Análise.

## Introdução

O método espectrofotométrico baseado na reação de Griess-Ilosvay é um dos mais utilizados para a determinação de íons Nitrito em diversas matrizes. Embora o mesmo seja caracterizado pela alta sensibilidade e boa seletividade, a necessidade de uso de reagentes de alto custo e de elevada toxicidade dificulta a sua aplicação para análises de rotina. Neste sentido, muitos trabalhos têm demonstrado que a automação dos procedimentos por meio de sistemas de Análise por Injeção em Fluxo (FIA) é uma excelente alternativa ao método em batelada, possibilitando o aumento na velocidade das análises e a redução no consumo de reagentes e amostras. Mais recentemente, entretanto, grandes esforços têm sido aplicados no desenvolvimento de Microsistemas de Análise em Fluxo, os quais são caracterizados por uma redução ainda mais significativa no consumo de reagentes e amostras e na geração de baixíssimos volumes de resíduos, o que os torna altamente atrativos para os propósitos da chamada Química- Verde. Neste contexto, o presente trabalho propõe o desenvolvimento de um Microsistema de Análise em Fluxo com detecção fotométrica integrada para a determinação de nitrito a baixo custo.

## Parte Experimental

A fotolitografia profunda no ultravioleta foi empregada para a fabricação do dispositivo a partir de um resiste à base de Uretana- Acrilato (G50-LBS, Indústria de Carimbos Medeiros Ltda.). Um LED verde de alta potência (530 nm, LedEngin LZ4-00MA10) foi utilizado como fonte de radiação e um fotodiodo (RS 308-067) foi empregado como detector. Fibras ópticas plásticas com 250  $\mu\text{m}$  de diâmetro foram adaptadas ao protótipo para guiar a radiação do LED até a célula fotométrica integrada (caminho óptico de 5,0 mm) e desta até o detector. Desenvolvido com uma configuração em linha única, o dispositivo proposto foi avaliado à determinação de nitrito em amostras de patês. Para isto, uma solução mista de N-(1-naftil)-etilenodiamina (NED) 0,97  $\text{mmol.L}^{-1}$  e Sulfanilamida (SAM) 0,58  $\text{mmol.L}^{-1}$  foi utilizada como solução carregadora, sendo impulsionada a vazão de 27  $\mu\text{L.min}^{-1}$  com uma bomba peristáltica (Ismatec, SA 7331-10). Válvulas

34ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

solenóides (Cole Parmer, NR-225T031) foram utilizadas para permitir a amostragem hidrodinâmica de aproximadamente (0,27  $\mu\text{L}$ ) dos padrões (1,0 a 4,0  $\text{mg.L}^{-1}$ ) e das amostras. Um programa computacional escrito em Visual Basic 6.0, possibilitou o acionamento das válvulas e a aquisição do sinal analítico através de uma interface eletrônica USB-6009 (National Instruments).

## Resultados e Discussão

O microsistema proposto apresentou canais com seções transversais em "U" e dimensões da ordem de 370  $\mu\text{m}$ , sendo estimado um volume total de 12  $\mu\text{L}$  para o dispositivo. A curva analítica construída com base na altura média dos picos apresentou uma boa linearidade ( $R = 0,994$ ), com limite de detecção de 0,5  $\text{mg L}^{-1}$  e repetibilidade de 3,5% referente a três injeções de um padrão com 3,0  $\text{mgL}^{-1}$ . Com a vazão empregada para a solução carregadora, obteve-se a frequência analítica de 20 injeções  $\text{h}^{-1}$  e um consumo de apenas 14 mL de solução reagente após 8 horas de trabalho. Este valor é cerca de 30 vezes menor que aquele usualmente observado em sistemas FIA, indicando uma redução significativa no consumo de reagentes e no volume de resíduos.

Os sinais obtidos para as injeções dos extratos dos patês apresentaram o comportamento característico de Schlieren, resultado da elevada diferença de concentração entre as soluções das amostras e a solução carregadora. Com isto, os resultados obtidos com o protótipo foram significativamente diferentes daqueles obtidos pelo método espectrofotométrico em batelada ao nível de 95 % de confiança. Para contornar esta limitação, serão desenvolvidos dispositivos com modificações que permitam diminuir o limite de detecção e possibilitem a determinação de nitrito em soluções mais diluídas da amostra.

## Conclusões

O microsistema proposto apresenta um grande potencial como alternativa econômica para a determinação rotineira de Nitrito.

## Agradecimentos

À UnB, FINATEC e Prof. Dr. Ivo M. Raimundo Jr.