Sistema de análises fluxo com multicomutação e microdigestão em linha para o fracionamento de fósforo em águas naturais.

Diogo L. Rocha[1] (PG), Fábio R. P. Rocha[2] (PQ)

1) Instituto de Química, Universidade de São Paulo. Av. Prof. Lineu Prestes, 748, Cidade Universitária, São Paulo-SP
2)Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Universidade de São Paulo. Av. Centenário, 303, São Dimas, Piracicaba-SP

Palavras Chave: *Fósforo, fracionamento, microdigestão, águas.*

Introdução

O aumento da concentração de espécies de fósforo em águas naturais é um dos fatores que causam a eutrofização, com consequente aumento da mortalidade de organismos aquáticos[1]. A biodisponibilidade deste nutriente depende da forma química, tornando importante o fracionamento de espécies fosforadas. O CONAMA estabelece limites entre 20 a 150 µg L^{-1} de fósforo total[2], exigindo procedimentos sensíveis para a determinação deste elemento. O objetivo do presente trabalho foi desenvolver um procedimento analítico em fluxo e com alta sensibilidade para o fracionamento de fósforo dissolvido em águas naturais, empregando uma cela espectrofotométrica de longo caminho óptico e foto-oxidação em linha.

Resultados e Discussão

O módulo de análises (Figura 1) foi otimizado para o fracionamento de P. O fosfato foi quantificado por espectrofotometria através da formação do azul de molibdênio e foram utilizados compostos fosforados como modelo de fósforo orgânico.

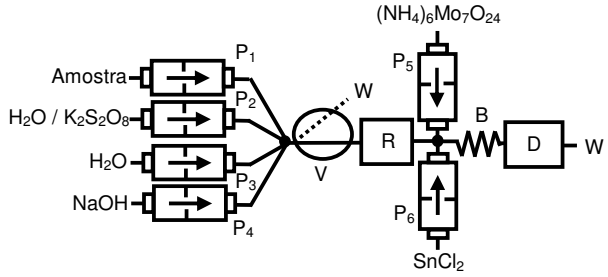

Figura 1. Sistema de análises em fluxo para o fracionamento de fósforo em águas naturais. P_1-P_6: micro-bombas solenoide; V: válvula solenoide; R: foto-reator (350 µL); B: bobina de reação (250 µL); W: recipientes de descarte;

Alíquotas da amostra (150 µL) e de $K_2S_2O_8$ foram misturadas, sendo a zona de amostra transportada através de um foto-reator (R), sendo o fluxo interrompido por 30 s para digestão. Em seguida, a zona de amostra foi direcionada para o reator B, no qual foram adicionados os reagentes, e transportada para a cela de fluxo. Uma solução de NaOH foi utilizada para diminuir o tempo de limpeza. O ortofosfato pode ser quantificado substituindo $K_2S_2O_8$ por H_2O e o sinal referente ao fósforo orgânico obtido pela subtração entre os sinais do fósforo total e inorgânico. Foram estimados limite de detecção (n = 20; 99,7% de confiança) e coeficiente de variação de 2,0 µg L^{-1} e 1,8 % (n = 20; 50 µg L^{-1} P), respectivamente. A frequência de amostragem foi estimada em 40 h^{-1}. Por determinação, foram consumidos 160 µg de $(NH_4)_6Mo_7O_{24}$, 13 µg de $SnCl_2$, 640 µg de $K_2S_2O_8$ e 10 mg de NaOH, gerando 4,0 mL de resíduo. Foram obtidas curvas analíticas com resposta linear entre 10 e 75 µg L^{-1} P (Tabela 1), em que se observou degradação quantitativa das espécies orgânicas.

Tabela 1. Coeficientes das curvas analíticas obtidas empregando diferentes espécies de fósforo.

Espécie	Coeficiente angular (L µg^{-1})	Coeficiente linear
Ortofosfato	0,0108	0,090
Ácido fítico	0,0120	0,084
Fosfoserina	0,0110	0,086
Glicose-6-fosfato	0,0111	0,080

A conversão de espécies condensadas de P (*e.g.* hexametafosfato) foi < 10%, pois é necessária hidrólise em meio ácido para a determinação como ortofosfato[3]. As altas temperaturas necessárias e o longo tempo de reação limitam a execução em análises em fluxo. A resposta analítica não foi afetada na presença de ácido húmico, indicando que a matéria orgânica não interfere na digestão e determinação do fósforo.

Conclusões

O sistema de análises em fluxo com multicomutação e microdigestão em linha permitiu a diferenciação entre espécies orgânicas fosforadas e o ortofosfato livre. Com o aumento do caminho óptico foi obtida sensibilidade adequada para a determinação de fósforo em concentrações estabelecidas pela legislação. Adicionalmente, foram significativamente reduzidos a geração de resíduos e o consumo de reagentes. O procedimento será aplicado para o fracionamento de fósforo em águas naturais.

Agradecimentos

FAPESP, CNPq, CAPES, INCTAA.

[1] Estela, J.M. e Cerdá, V. *Talanta.* **2005**, *66*, 307.
[2] CONAMA, Conselho Nacional do Meio Ambiente, disponível em http//www.mma.gov.br/conama, acessado em 01/02/2012.
[3] Ruiz, T.M.; Lozano, C.M.; Tomás, V. e Martin, J. *Anal. Chim. Acta* **2001**, *442*, 147.