

Desenvolvimento de procedimento analítico limpo para determinação de gossipol em sistema de análises em fluxo.

Bianca Daminato (IC)*, Wanessa R. Melchert (PQ). *bianca.daminato@usp.br

Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo, Piracicaba, SP, Brasil.

Palavras Chave: gossipol, análises por injeção em fluxo, espectrofotometria.

Introdução

A torta de algodão é obtida através do esmagamento dos caroços em prensas para extração do óleo, em que esta apresenta elevado teor de proteínas, fibras e sais minerais que, pode ser utilizada como fertilizantes e ter a capacidade de restauração de terras esgotadas, uma utilização mais nobre é como ração animal.

Neste trabalho, foi desenvolvido um procedimento analítico limpo utilizando sistema de análises em fluxo para a determinação espectrofotométrica de gossipol, pigmento amarelo e tóxico, presente na torta de algodão, visando minimizar a quantidade de reagentes e a geração de resíduos tóxicos.

Resultados e Discussão

A determinação espectrofotométrica de gossipol foi baseada na reação com Fe(III), formando complexo com máxima absorção em 620 nm. Solução complexante formada por 3-amino-1-propanol, ácido acético e dimetilformamida foi utilizada em trabalho prévio para favorecer a estabilização do complexo. No entanto, no sistema proposto a solução não foi necessária. A determinação espectrofotométrica de gossipol foi realizada empregando o diagrama de fluxos apresentado na Figura 1.

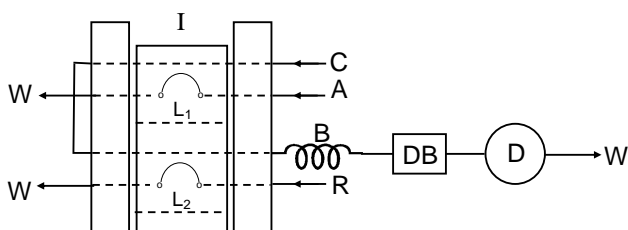


Figura 1. Diagrama do sistema de análises em fluxo para determinação espectrofotométrica de gossipol. I: injetor proporcional; A: amostra; R: $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ $1,8 \text{ mmol L}^{-1}$ contendo HCl $0,16 \text{ mol L}^{-1}$; C: etanol 55% (v/v) B: reator helicoidal; L_1 e L_2 : alças de amostragem e reagente; DB: desborbulhador; D: espectrofotômetro e W: descarte.

Os efeitos dos parâmetros que afetam o desenvolvimento da reação foram investigados a fim de maximizar o sinal analítico com mínima quantidade de reagente e maior frequência de amostragem, Tabela 1.

Tabela 1. Parâmetros otimizados para a determinação de gossipol.

Parâmetros	Faixa Estudada	Valor Selecionado
Alça da amostra (μL)	25 - 500	150
Alça do reagente (μL)	25 - 500	100
Comprimento do reator (cm)	50 - 150	100
Vazão (mL min^{-1})	0,6 - 2,9	1,7

Resposta linear foi observada entre $0,03$ a $0,30 \text{ mmol L}^{-1}$ de gossipol, descrita pela equação $A = 0,0424 + 1,16 C \text{ mmol L}^{-1}$, $R^2 = 0,9946$ (Figura 2). Limite de detecção (99,7% de confiança) e coeficiente de variação ($n=20$) foram estimados em $8,90 \mu\text{mol L}^{-1}$ e 2,42%, respectivamente. Frequência de amostragem foi estimada em 35 determinações por hora.

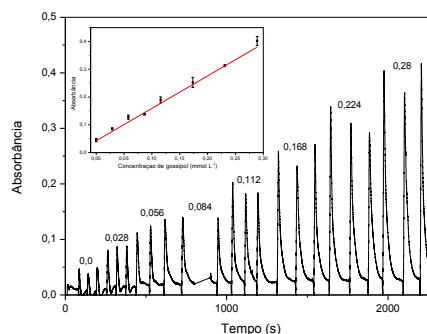


Figura 2. Sinais transientes para determinação de gossipol. A figura inserida mostra a relação linear entre absorbância e concentração.

O procedimento proposto é uma alternativa viável que reduz a quantidade de resíduos gerados e de reagente utilizados, com frequência analítica 65% maior em relação ao procedimento em batelada. Além disso, foi possível eliminar a solução complexante formada por 3-amino-1-propanol, ácido acético e dimetilformamida.

Conclusões

O procedimento proposto oferece uma alternativa simples, limpa e sensível para a determinação de gossipol, minimizando a quantidade de reagentes e resíduos gerados e aumentando a frequência analítica.

Agradecimentos

À FAPESP (2011/14071-1 e 2012/24137-2) pela bolsa e auxílio concedidos.