

SISTEMA DE FLUXO COM CÉLULA DE PERCURSO ÓPTICO LONGO PARA A DETERMINAÇÃO DE FERRO EM ÁGUAS



Ricardo N.M.J. Páscoa, Ildikó V. Tóth e António O. S. S. Rangel
ESB-UCP, Rua Dr. António Bernardino de Almeida, 4200-072 Porto, PORTUGAL

Introdução

O ferro está presente em elevada abundância na crosta terrestre embora em concentrações muito baixas em sistemas aquíferos. O objectivo deste trabalho foi desenvolver um sistema de fluxo de análise por injeção sequencial (SIA) baseado numa reacção colorimétrica capaz de determinar ferro a baixas concentrações. Foram testados dois reagentes a ferrozina e a o-fenantrolina.

Para se obter uma sensibilidade elevada utilizou-se uma célula de fluxo de percurso óptico de 100 cm (LWC).

Foi desenvolvido um sistema de análise por injeção sequencial (SIA) para a determinação.

Montagem analítica

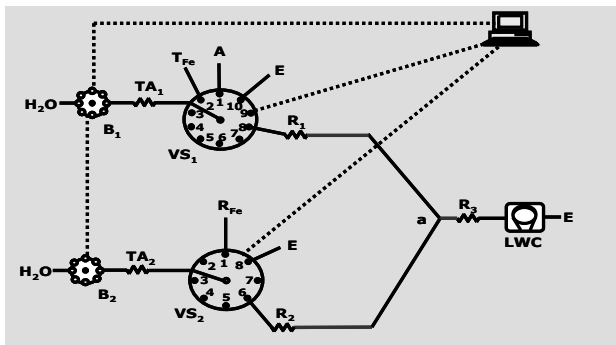


Fig. 1. Esquema de injeção sequencial para a determinação de ferro em águas. VS₁, VS₂: válvulas de selecção; B₁, B₂: bombas peristálticas; TA₁, TA₂: tubos de armazenamento (2 m); R₃: reactor central (85 cm); R₁, R₂: reactores (25, 14 cm); a: confluência; LWC: célula de fluxo de percurso óptico longo (100 cm de percurso óptico); E: esgoto; A: amostra ou padrão; T_{Fe}: solução de tampão acetato; R_{Fe}: reagente colorimétrico (ferrozina e o-fenantrolina).

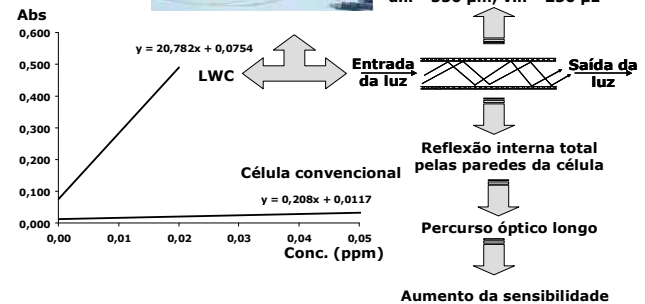
Avaliação dos interferentes

Espécie adicionada	Concentração testada* (ppb)		Desvio relativo (%)	
	ferrozina	o-fenantrolina	ferrozina	o-fenantrolina
Zinco	1000	1000	5,0	3,4
Alumínio	1000	1000	3,7	12,5
Cádmio	1000	500	20,9	10,6
Manganês	1000	50	11,7	14,8
Cobre	10	500	7,6	14,2

* Estudos efectuados utilizando um padrão de ferro de 5 ppb

Aplicação a amostras de água

Tipo de água	Método de referência (µg/L)	Método SIA ferrozina (µg/L)	Desvio relativo (%)	Método SIA o-fenantrolina (µg/L)	Desvio relativo (%)
Rio	69,6 ± 6,7	70,5 ± 1,1	1,3	65,5 ± 1,2	-5,9
Furo	1,75 ± 0,0	2,02 ± 0,03	15,4	1,69 ± 0,09	-3,4
Potável	13,0 ± 0,6	12,8 ± 0,1	-1,5	13,5 ± 0,1	3,8
	1,0 ± 0,8	1,74 ± 0,02	74,0	1,67 ± 0,06	59,2
	0,75 ± 0,0	1,92 ± 0,05	1,56E ²	1,1 ± 0,2	46,7
Poço	1,69 ± 0,07	23,3 ± 0,1	1,28E ³	1,59 ± 0,05	-5,9
	7,0 ± 0,4	5,73 ± 0,05	-18,4	6,9 ± 0,1	-1,4
	11,2 ± 1,0	30,4 ± 0,2	1,71E ²	11,6 ± 0,2	3,6
Mar	14,1 ± 0,3	14,5 ± 0,1	2,8	16,2 ± 0,6	14,9
	7,0 ± 0,5	5,8 ± 0,1	-15,9	70,2 ± 0,2	0,0
	6,1 ± 0,3	4,9 ± 0,3	-17,1	5,0 ± 0,5	-18,0
	11,1 ± 0,0	9,6 ± 0,2	-13,5	10,7 ± 0,4	-3,6
	11,8 ± 0,0	10,1 ± 0,1	-14,4	12,2 ± 0,2	3,4



Ciclo analítico

Passo	Posição das válvulas de selecção		Tempo do ciclo (s)	Caudal (mL/min)		Descrição
	Válvula 1	Válvula 2		Bomba 1	Bomba 2	
1	1	1	9,1	1,66	0,56	Aspirar amostra e reagente
2	2	1	3,0	0,77	0,28	Aspirar tampão e reagente
3	8	6	50	3,81	1,16	Envio para o detector e registo do sinal

Características dos métodos

	Ferrozina	o-fenantrolina
Limite de detecção (ppb)	0,15 ± 0,01	0,35 ± 0,08
Limite de quantificação (ppb)	0,49 ± 0,04	1,21 ± 0,25
Intervalo de aplicabilidade (ppb)	0,15-20	0,35-20
Ritmo de amostragem (h ⁻¹)	41	41
Consumo de reagente (µmol/ensaio)		
Reagente colorimétrico	0,25	1,3
Acetato de amónio	80	80
Ácido acético	80	80
Ácido ascórbico	4,5	4,5
Produção de efluentes (mL/ensaio)	4,14	4,14

Conclusões

Os métodos desenvolvidos apresentam diversos aspectos positivos: baixos limites de detecção sem nenhum passo de pré-concentração, elevado ritmo de amostragem e baixo consumo de reagentes e produção de efluentes.

A célula de percurso óptico longo é uma alternativa muito robusta em procedimentos analíticos de espectrofotometria aumentando muito a sensibilidade das reacções.

A reacção envolvendo a ferrozina apresenta uma elevada sensibilidade e um baixo consumo por ensaio quando comparado com o reagente o-fenantrolina embora seja mais dispendioso.

Ricardo Páscoa e Ildikó Tóth agradecem à Fundação para a Ciência e Tecnologia (FCT) e FSE (III Quadro Comunitário) pela atribuição das bolsas SFRH/BD/30621/2006 e SFRH/BPD/5631/2001, respectivamente. Agradece-se à FCT o apoio financeiro através do projecto PTDC/AMB/64441/2006.

