

Desenvolvimento de procedimento analítico para determinação de Hg (II) em amostra: detecção espectrofotométrica.

Lorena de Carvalho Martiniano (PG)¹, Elizabeth Nunes Fernandes (PQ)^{1,2}, Edmar Pereira Marqu Lopes Brandes Marques (PQ)¹ (aldalea@ufma.br e ridvan@ufma.br)

¹ Universidade Federal do Maranhão – CCET – DETQ/DEQUI – Av. dos Portugueses, S/N, C. Estadual do Maranhão – Departamento de Química e Biologia – CESI/UEMA

Palavras Chave: Mercúrio, MMBI, FIA.

Neste trabalho propõe-se um procedimento em fluxo para determinação de mercúrio com detecção do produto da reação envolvendo Hg(II) e 2-mercaptop-5-metilbenzimidazol (MMBI), monitorado a $\lambda = 320$ nm. Após otimização dos parâmetros analíticos, obteve-se faixa de concentração linear entre 1×10^{-6} e $2,5 \times 10^{-5}$ mol L⁻¹ de Hg(II), apresentando a seguinte curva analítica: Abs = $0,013 + 1345,64[\text{Hg(II)}]$, $r = 0,997$; limite de detecção de $8,2 \times 10^{-8}$ mol L⁻¹ Hg(II); limite de quantificação: $2,7 \times 10^{-7}$ mol L⁻¹ Hg(II); desvio padrão relativo: 2,14% (n=20); frequência analítica de 68 determinações por hora e consumo de reagente de 0,12 mg de MMBI por determinação.

QA-217**Sistema mecanizado para adição sequencial e controlada de óleo lubrificante em meio ácido pré-aquecido**

Flavia Aline Bressani, Mário Almir Feres Júnior, Boaventura Freire dos Reis, Ana Rita Araújo Nogueira, Joaquim A. Nobrega.

Grupo de Análise Instrumental Aplicada, Rodovia Washington Luis, km 235. CEP 13565-905. São Carlos, SP

Palavras Chave: digestão, óleo lubrificante, sistema mecanizado.

Óleo lubrificante é um material orgânico formado por cerca de 70 % de carbono e é geralmente utilizado para a redução do atrito e para a lubrificação de partes móveis. Neste trabalho foi desenvolvido um método de digestão de óleo lubrificante baseado na adição gradual e controlada de aliquotas de óleo ao ácido concentrado e aquecido, com o auxílio de um sistema mecanizado. Uma massa de 500 mg de óleo lubrificante foi adicionada sobre 10 mL de H₂SO₄. O sistema mecanizado diminuiu a atuação do analista na etapa mais crítica do processo de digestão: a adição do óleo sobre o ácido. Baixos valores de acidez e de carbono residuais confirmaram a eficiência do procedimento de digestão proposto.

QA-218**Uso de adesivos de vinil para a construção de acessórios de análise em fluxo**

Marcos Yassuo Kamogaw a (PQ).

Universidade de São Paulo, Escola superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Depto. Química, Piracicaba - SP

Palavras Chave: plotter de recorte, análise em fluxo, amônia.

Acessórios de análise em fluxo como câmaras de difusão gasosa, bobinas de reação e câmaras de mistura, freqüentemente exigem a utilização de tornos e de fresas para sua confecção, sendo que muitas vezes não estão disponíveis. Neste trabalho é apresentada uma alternativa de construção de acessórios de análise em fluxo, utilizando adesivos de vinil e uma plotter de recorte. A avaliação do módulo construído com adesivos de vinil foi realizada com a determinação de amônia em amostras de água. A eficiência do módulo proposto foi semelhante aos sistemas FIA convencional, com boa reprodutibilidade (RSD < 1%), sensibilidade (LD: 0,1 mg L⁻¹), linearidade até 10 mg L⁻¹ ($y = 2,542x + 2,347$) ou polinomialmente até 40 mg L⁻¹ ($y = -0,028x^2 + 2,667x + 2,487$). A utilização dos adesivos de vinil permitiu a construção de acessórios para análise em fluxo de baixo custo, com facilidade e rapidez, permitindo a criação de módulos de análise dedicados, robustos e de fácil reprodução.

QA-219**Método analítico limpo para determinação de nitrito empregando multicomutação com mini-bombas e degradação on-line de resíduo**

Wanessa Roberto Melchert (PG)*, Carlos M. Infante Córdova (PG), Fábio R. P. Rocha (PQ)

Instituto de Química, Departamento de Química Fundamental, Universidade de São Paulo. *wanemelo@iq.usp.br

Palavras Chave: Química limpa, multicomutação, foto-degradação.

A determinação espectrofotométrica de nitrito em águas é geralmente efetuada pela reação de Griess (reagente carcinogênico). Neste trabalho, desenvolveu-se um procedimento analítico limpo para a determinação de nitrito em águas naturais baseado em sistema multicomutação com mini-bombas solenóides acoplado a um foto-reator para a degradação dos resíduos. O método desenvolvido minimiza as quantidades de reagentes (sulfanilamida 0,6 mg/det e n-naftil-etilenodiamina 0,03 mg/det) e permite a determinação de nitrito entre 0,1 e 1 mg L⁻¹ ($r = 0,998$). O tratamento do resíduo empregando irradiação (UV) na presença do reagente de Fenton (80 mmol/L H₂O₂ e 1 mmol/L Fe²⁺) apresentou uma completa descoloração do resíduo com diminuição de ca. 87% na concentração de carbono orgânico total.

QA-220**Desenvolvimento de metodologia de análise por injeção sequencial para determinação espectrofotométrica dos herbicidas Diquat e Paraquat**

Carlos M. Infante Córdova*, Jorge C. Masini - xinfante2000@yahoo.es.

Instituto de Química, Universidade de São Paulo, CP 26077, 05513-970, São Paulo, SP

Palavras Chave: Herbicidas, SIA (Análise por injeção sequencial), Sorção.

Desenvolveu-se um método de Análise por Injeção Sequencial para determinação de Diquat e Paraquat. O ditonito de sódio em meio alcalino provoca a redução destes herbicidas, permitindo o monitoramento dos cátions radicais produzidos em 377 e 605 nm, respectivamente. As condições de maior sensibilidade foram: volume de amostra 300 µL, entre duas zonas de 100 µL de ditonito de sódio 0,5 % (m/v), injetados em uma bobina de reação de 50 cm (0,8 mm de i.d.) em direção ao detector a vazão de 400 µL s⁻¹ por uma sorção transportadora de tampão borato 0,1 mol L⁻¹ (pH 9). A resposta foi linear até a concentração de 20 mg L⁻¹ para ambos herbicidas. O limite de detecção 0,039 e 0,684 mg L⁻¹ para o Paraquat e Diquat, respectivamente. A frequência analítica foi de 120 h⁻¹. O método foi aplicado na determinação dos herbicidas em formulações comerciais, bem como em estudos de interação dos herbicidas com sorções argilas.