

SISTEMA POLIVALENTE DE ANÁLISES QUÍMICAS POR INJEÇÃO EM FLUXO: DETERMINAÇÃO ESPECTROFOTOMÉTRICA DE CÁLCIO, MAGNÉSIO E FÓSFORO EM PLANTAS

Fernando V. Silva (IC)², Ana Rita A. Nogueira (PQ)¹,
Gilberto B. Souza (TC)¹, Carlos H. Garcia (TC)¹

¹Centro de Pesquisa de Pecuária do Sudeste, EMBRAPA

²Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos

Palavras-chave: análise por injeção em fluxo; cálcio, magnésio, fósforo.

Introdução

Métodos espectrofotométricos, de fácil implantação em laboratórios analíticos, estão sendo acoplados a um único sistema de análise por injeção em fluxo. Assim, os métodos propostos deverão se apresentar mais atrativos na resolução de problemas de contaminação, manipulação de soluções e controle temporal. Como aplicação, foi estudado sistema polivalente por injeção em fluxo para a determinação espectrofotométrica de cálcio, magnésio e fósforo em digeridos vegetais. O reagente o-cresolphtaleína complexona (CPC) foi selecionado como reagente cromogênico na determinação de cálcio e magnésio, e metavanadato para a determinação de fósforo. Para evitar efeito de interferências, ácido bis(aminoetil)glicoléter-N,N,N',N'-tetraacético (EGTA) ou 8-hidroxiquinolina (Oxina) foram utilizados como agentes mascarantes para Ca^{2+} ou Mg^{2+} , respectivamente, em sistema tamponado em pH 10,5 com amônio/amônia.

As medidas espectrofotométricas foram realizadas após modificação na concentração de reagentes, volume de amostra injetado, comprimento de onda e temperatura do banho termostatizado, sem mudança no módulo de análise. Este sistema está sendo implantado em linha de rotina em Laboratório de Nutrição Animal.

Métodos

O sistema de fluxos proposto para o Sistema Polivalente, está representado na Fig. 1.

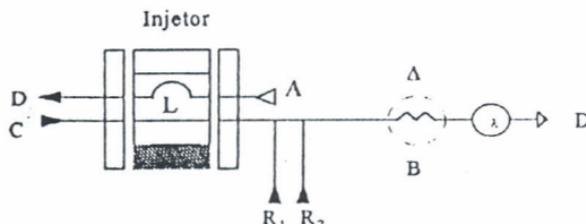


Fig. 1. Diagrama de fluxos. A, amostra ($3,4 \text{ ml min}^{-1}$); L, alça de amostragem (20 cm, ca $100 \mu\text{l}$ para magnésio e fósforo; 7 cm, ca $35 \mu\text{l}$, para cálcio); C, fluxo transportador (HClO_4 , 0,25 M, $2,0 \text{ ml min}^{-1}$); R_1 , reagente, $3,5 \text{ ml min}^{-1}$; R_2 , reagente ($2,0 \text{ ml min}^{-1}$); B, bobina de reação (100 cm); Δ , banho termostatizado (32°C); λ , detector (575 nm , para Ca e Mg e 420 nm para P); D, descarte.

Reagentes/Vazão	Elemento Analisado		
	Cálcio	Magnésio	Fósforo
R_1 ($3,5 \text{ ml min}^{-1}$)	0,5M NaOH-NH ₄ Cl - pH 10,5.	0,5 M NaOH-NH ₄ Cl + 1,5 mmol l ⁻¹ EGTA	1,6% (m/v) (NH ₄) ₂ MoO ₄
R_2 ($2,0 \text{ ml min}^{-1}$)	0,01% (m/v) (CPC) + 0,2% (m/v) Oxina	0,03% (m/v) CPC.	0,08% (m/v) (NH ₄) ₂ VO ₃
C ($2,0 \text{ ml min}^{-1}$)	HClO ₄ 0,25 M	HClO ₄ 0,25 M	HClO ₄ 0,25 M

Tabela 1. Soluções utilizadas no Sistema Polivalente: determinação de cálcio, magnésio e fósforo.

Amostras de plantas foram solubilizadas em digestão por via úmida, através de digestão nítrico-perclórica e determinadas pelo método proposto e por espectrometria de absorção atômica (EAA).

Resultados

Após o estabelecimento das concentrações e temperaturas, o sistema foi aplicado a amostras reais. A precisão foi estimada em termos do desvio padrão relativo de uma amostra processada dez vezes ($\text{dpr} < 1\%$), não sendo observadas grandes alterações na linha base, durante o período consecutivo de trabalho (4-h). A exatidão foi determinada com leituras de amostras de plantas também analisadas por espectrometria de absorção atômica. Em todos os experimentos, boa repetibilidade e linearidade para o gráfico de rotina foram obtidas como resultado, além da alta velocidade de amostragem (90 A h^{-1}), uma das características favoráveis desta configuração.

Amostra	Sistema Polivalente			EAA		
	cálcio	magnésio	fósforo	cálcio	magnésio	fósforo
1	7,4 (0,1)*	5,1 (0,8)	2,7 (0,0)	7,6 (0,3)	5,2 (0,4)	2,5 (0,4)
2	6,6 (0,5)	6,0 (0,3)	2,7 (0,2)	6,4 (0,4)	5,8 (0,3)	2,4 (0,3)
3	5,7 (0,2)	5,8 (0,7)	2,1 (0,3)	5,9 (0,3)	4,6 (0,4)	2,1 (0,5)
4	5,9 (0,1)	4,9 (0,2)	2,0 (0,7)	6,1 (0,5)	5,2 (0,2)	2,0 (0,7)
5	6,8 (0,9)	4,4 (0,5)	1,7 (0,0)	6,5 (0,2)	4,5 (0,4)	1,6 (0,2)

Tabela 2. Valores comparativos das análises de cálcio, magnésio e fósforo, em g.kg^{-1} , com base na matéria seca. Espectroscopia de absorção atômica (EAA) e pelo Sistema Polivalente proposto.* Números entre parênteses representam a estimativa do desvio padrão (%), após três repetições.

Conclusões

Os métodos de análise escolhidos para o desenvolvimento de um sistema polivalente apresentam-se adequados, resultando em procedimentos simples, confiáveis e de baixo custo. O sistema mostrou-se aplicável a determinações de cálcio, magnésio e fósforo e está sendo estendido a outros constituintes das plantas, o que o tornará de fato um sistema polivalente, pronto para ser empregado em laboratórios com alta demanda de amostras.