

ANÁLISE EM FLUXO APLICADA À ROTINA DE UM LABORATÓRIO DE PESQUISA AGROPECUÁRIA

Sherlan G. Lemos^{1,2}, Tiago M. Pereira (TQ)^{1,3}, Wânia A. Christinelli (TQ)^{1,3}, Endrigo F. Espanhol (TQ)^{1,3}, Ana Rita A. Nogueira (PQ)¹

1. Grupo de Análise Instrumental Aplicada, Embrapa Pecuária Sudeste, Caixa Postal 339, 13560-970, São Carlos SP

2. Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos - SP

3. Colégio Diocesano La Salle, São Carlos - SP

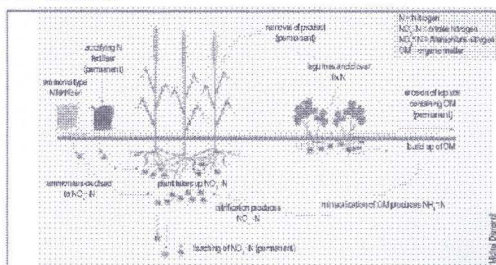
E-mail: sherlan@dq.ufscar.br

OBJETIVO

➊ Avaliar a aplicação de Análise em Fluxo em algumas etapas da rotina de análises de um laboratório de pesquisa agropecuária

INTRODUÇÃO

➋ Nitrogênio: determinação de interesse em diferentes etapas da pesquisa agropecuária, sendo freqüente a necessidade de um grande número de análises.



➌ Reação de Berthelot: o mais específico, robusto e sensível procedimento para determinação de nitrogênio.

$N(NH_4^+) \Rightarrow IPC \text{ (complexo indofenol)} \Rightarrow 660 \text{ nm}$

Análises em Fluxo:

Inserção da amostra $\Rightarrow$ Modificação física e/ou química (facultativa)

Detecção $\Rightarrow$ Descarte

➍ Potencialidades da Análise em Fluxo na rotina laboratorial:

- proporcionar ganho de tempo e redução no consumo de amostras e reagentes, contribuindo para o aumento na eficiência dos laboratórios

- aplicação no tratamento dos resíduos gerados

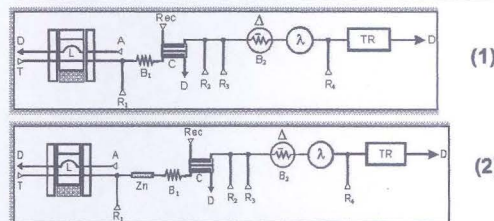
Química Limpa:

➎ desenvolvimento de metodologias menos agressivas ao ambiente, onde a quantidade e a toxicidade dos resíduos são tão importantes quanto quaisquer outras características analíticas

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

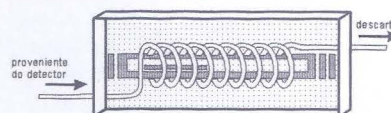
1. Kempers, A. J.; Kok, C. J., *Anal. Chim. Acta.* 221, 147, 1989.
2. Reis, B. F., *Quím. Nova.* 19(1), 51, 1996.
3. Vitti, G.C.; Pereira, H.S.; Manarin, C.A.; Ferreira, A.C. Programa de controle de qualidade de laboratórios de análise foliar (ano 11-1996/97), Boletim de Informações da SBCS, v.145, p.22-24, 1997.

METODOLOGIA



Diagramas de fluxos para a determinação de $N-NH_4^+$ (1) e N total, $N-NO_3^-$ e $N-NO_2^-$ (2)
A, amostra, T, fluxo transportador, B_1 , bobina de mistura e B_2 , bobina de reação, Zn, coluna redutora de zinco, C, célula de difusão gasosa, Rec, fluxo receptor, R_1 : Hidróxido de sódio $1,5 \text{ mol L}^{-1}$, R_2 : solução de ácido salicílico/nitroprussiato, R_3 : solução comercial de hipoclorito de sódio e R_4 : peróxido de hidrogênio 2% preparada em meio ácido HCl $1,5 \text{ mol L}^{-1}$, λ , detector, Δ , banho termostatizado, TR, tratamento do resíduo (câmara de UV), D, descarte.

Método empregado	Forma Determinada	Cálculo
Com coluna de redução de Zn	N Total	---
Sem coluna de redução de Zn	$N-NH_4^+$	---
Com coluna de redução de Zn e adição de ácido sulfanílico	$N-NO_3^-$ ($N-NH_4^+ + N-NO_3^-$)	($N-NH_4^+ + N-NO_3^-$) - $N-NH_4^+$
Com coluna de redução de Zn (indiretamente)	$N-NO_2^-$	N Total - ($N-NH_4^+ + N-NO_3^-$)



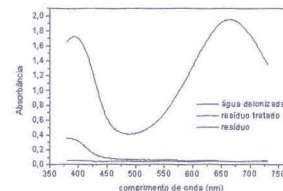
Desenho esquemático da unidade de tratamento de resíduos. L, lâmpada germicida de UV; B, bobina de reação com 4 m de comprimento. As setas indicam o sentido do fluxo.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Validação do método proposto para determinação de $N-NH_4^+$ em amostras de tecido vegetal.

Amostra	PCI* / %N*	Proposto (FIA) / %N
1	17,1 $\pm$ 2,39	15,6 $\pm$ 0,20
2	14,4 $\pm$ 1,81	15,4 $\pm$ 0,17
3	34,1 $\pm$ 4,36	34,4 $\pm$ 0,17
4	9,40 $\pm$ 1,97	9,50 $\pm$ 0,08
5	26,7 $\pm$ 2,37	26,7 $\pm$ 0,20
6	63,4 $\pm$ 5,06	61,5 $\pm$ 0,33

*Programa Colaborativo Interlaboratorial da ESALQ



Espectros na região do visível demonstrando o resíduo antes e após o tratamento.

Quadro comparativo entre o método proposto e o método utilizado atualmente na Embrapa.

Método	Velocidade analítica (amostras/mês)	Geração de resíduos (mL/amostra)	Custo* (R\$/amostra)
Kjeldahl	440	60	3,70
Análise em fluxo	9600	11**	0,10

* custo da análise inclui mão-de-obra (homem/hora trabalhado) e insumos (reagente e energia).

** resíduo tratado.