



Sensor colorimétrico baseado em fio de algodão para quantificação de ácido ascórbico usando Azul da Prússia e detecção digital de imagens.

¹Josiane L. Oliveira(PG)*, ¹Davi P. Coelho(G), ¹Willian T. Suarez(PQ), ²João P. B. de Almeida(PQ), ¹Tiago A. Silva(PQ), ²Vagner B. dos Santos(PQ), ¹Lucas V. O. Leão(G).

¹Departamento de Química, Centro de Ciências Exatas e Tecnologia, 36570-900, Universidade Federal de Viçosa - UFV, Viçosa, MG, Brasil

²Departamento de Química Fundamental, 50740-560, Universidade Federal de Pernambuco - UFPE, Recife, PE, Brasil

*email: oliveirajlps@gmail.com

RESUMO

Este estudo relata o desenvolvimento de um sensor colorimétrico inovador, baseado em fio de algodão acoplado a um sensor digital de imagem (DIB) de smartphone, para a quantificação de ácido L-ascórbico (L-AA). O dispositivo analítico microfluídico, baseado em fio de algodão (μ TAD) projetado e uma reação redox envolvendo Azul da Prússia (PB), que causa a extinção da cor azul do PB devido à redução gerada pelo L-AA. As condições experimentais otimizadas usando um projeto composto central, levaram à obtenção de um dispositivo microanalítico com um consumo amostral de apenas 30 μ L, uma faixa linear de 1,0 a 4,6 mg L⁻¹ ($R^2 = 0,993$) com um limite de detecção de 0,18 mg L⁻¹. O método proposto apresenta uma recuperação satisfatória de 87,2% a 106% para amostras complexas, como polpas de frutas. Quando comparado a titulação iodométrica como método de referência, não apresenta diferenças significativas ao nível de confiança de 95%, confirmando a confiabilidade do método proposto.

Palavras-chave: Análise de vitamina C; dispositivos analíticos microfluídicos; análise de imagens digitais baseada em smartphone; hexacianoferrato de ferro(III)(II); polpa de fruta.

Introdução

A vitamina C (ácido ascórbico), desempenha um papel essencial na vida humana, agindo como antioxidante e anti-inflamatório. O monitoramento de sua concentração em alimentos e água é crucial para a saúde pública (1-2). O presente resumo expõe o desenvolvimento, otimização e validação de um sensor para quantificação de ácido ascórbico em polpa de frutas, suplementos vitamínicos e sucos de frutas frescas, usando como estratégia analítica dispositivos construídos a partir de fios de algodão e análise de imagens digitais, empregando um *smartphone* como detector (3). Este método baseia-se na reação redox do hexacianoferrato férrico, de maneira que, na presença de ácido ascórbico, o pigmento Azul da Prússia é reduzido a Branco da Prússia. E a concentração de ácido ascórbico é diretamente proporcional a esse desbotamento.

Experimental

Todos os reagentes usados foram de grau analítico. As amostras de frutas frescas, polpa de frutas e suplemento vitamínico, do tipo comprimido efervescente, foram adquiridas no comércio local da cidade. Na construção do μ TAD fio 100% em algodão, foram submetidos a uma limpeza em solução salina de carbonato de sódio 10 g L⁻¹, fervido por 30 minutos, para eliminação de possíveis contaminantes (4). Em seguida, os fios foram secos à temperatura ambiente e cortados em segmentos de 5 centímetros, e fixados em fitas adesivas de dupla face já previamente coladas a uma folha branca. Na área escolhida para a reação redox, ROI, foi pipetada 0,7 μ L de K₃[Fe(CN)₆]₃ (1,0 mmol L⁻¹), e, após secagem,

0,6 μ L de Fe³⁺ (0,8 mmol L⁻¹) foi pipetada sobre o hexacianoferrato. Após a secagem, uma amostra ou solução de referência, contendo ácido ascórbico, foi pipetada na extremidade do fio, e por capilaridade percorreu até a ROI. A quantificação de L-AA no sensor desenvolvido foi realizada utilizando um *smartphone* para captura de imagens posteriormente processadas utilizando o sistema de cores RGB no programa ImageJ (5). O sinal médio da zona colorida foi obtido selecionando uma linha reta com área de 53 *pixels*. Para proporcionar iluminação adequada, foi utilizado uma câmara com iluminação LED.

Resultados e Discussão

Após otimização do sensor colorimétrico confeccionado com fio de algodão para determinação de L-AA, o desempenho e a confiabilidade do método foram avaliados de acordo com os procedimentos de validação de metodologias analíticas descritos pelo Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia (INMETRO) e pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) (6-7). Para isso, foram avaliadas a seletividade, linearidade, limite de detecção, limite de quantificação, precisão e recuperação do método proposto. As condições ideais, obtidas na otimização, para desenvolvimento do método incluíram o emprego de 0,7 μ L de hexacianoferrato, 0,6 μ L de Fe³⁺, volume de amostra 33 μ L de amostra, o tempo para captura da imagem foi fixado em 25 minutos.



Figura 1- Sensor Colorimétrico

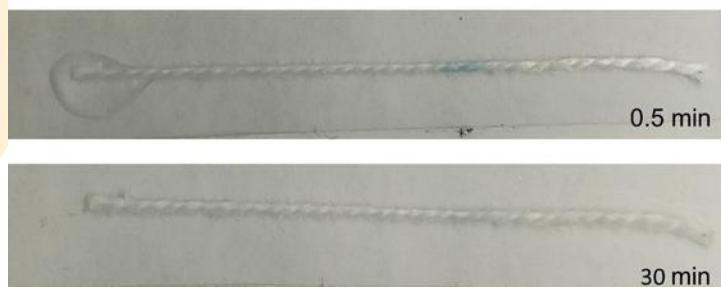


Figura 1. Mostra uma fotografia do sensor usado para detectar 5 mg L⁻¹ L-AA ilustrando o estado do ROI em 0,5 e 30 min, destacando a descoloração do ROI.

O coeficiente de regressão (R^2) de 0,997 sugere um bom ajuste ao modelo e previsão concisa dos dados. O LD do método para determinação de L-AA foi de 0,18 mg L⁻¹, enquanto o LQ foi de 0,62 mg L⁻¹ utilizando soluções de L-AA em três níveis de concentrações diferentes: 1,0; 3,0 e 5,0 mg L⁻¹ (8). No estudo de recuperação, o método proposto alcançou boas taxas para todas as amostras analisadas, com uma variação percentual de 87,2% a 109%. Quanto aos testes realizados na presença de possíveis interferentes (Glicose; D-frutose; Ácido nítrico; Cloreto de sódio) na proporção molar de 1:1, o método proposto indicou erros relativos percentuais do sinal analítico de menos de 4%, provando ser eficaz em amostras reais e complexas (4).

Tabela 1. Comparação de alguns parâmetros analíticos obtidos pelo método colorimétrico baseado em μ TAD

Amostra	Alcance Linear	R^2	Método/Dispositivo digital	LOD*	Tempo de análise	Referência
Frutas e formulações farmacêuticas	0,59 – 5,90	0,997	Teste local + orto-fenantroína e Fe(III) + Smartphone	0,15	1,6 por local	(dos Santos et al., 2019)
Frutas e vegetais	2,20 – 3,99	0,967	MOF/ nanozima + Smartphone	-	Não declarado explicitamente	(Zhao e outros, 2023)
Suco de frutas	0,09 – 29,94	0,993	Sonda ratiométrica de fluorescência (N-CDs/RhB) + Smartphone	0,51	Não declarado explicitamente	(Zhao e outros, 2025)
Frutas	176,12 – 1761,20	0,990	μ PAD (carboxibetaina acrilamina) + Câmera digital	22,02	Não declarado explicitamente	(Yin e outros, 2023)
Fruta	0,09 – 17,6	0,995	Nanozima Fe-P/N-C com TMB + Smartphone	0,06	15 (reação inicial) + 15 (após adição de AA)	(Li e outros, 2023)
Frutas e formulações farmacêuticas	1,76 – 2,20	0,991	μ PAD AuNPs Nanozima em papel + Smartphone	0,07	7 (solução); 15 (baseado em papel)	(Guan e outros, 2023)
Sucos de frutas e formulações farmacêuticas	20 – 80	0,998	DLLME/azul de metileno + Smartphone	5,0	≈15 reações totais após etapas de extração	(Aguirre e outros, 2019)
Sucos de frutas e formulações farmacêuticas	1 – 4,6	0,994	μ TAD Azul da Prússia + Smartphone	0,18	10 (preparação e leitura) + 25 (plato de reação)	Este trabalho

Conclusões

Se obteve um microdispositivo colorimétrico inovador, baseado em fibras de algodão, desenvolvido para a detecção eficiente de L-AA por meio de análise digital de imagens. O sensor provou ser confiável para a determinação precisa em sucos de polpa, sucos de frutas frescas e suplementos vitamínicos. Se tratando de um dispositivo de baixo custo, fácil montagem e manuseio, exigindo quantidades mínimas de reagentes e amostras para operação.

Portanto, o trabalho descrito contribui para o avanço dos métodos analíticos, sendo particularmente adequado para situações com volumes de amostra restritos, recursos limitados e aplicação *in situ*. Ademais, devido ao uso de uma pequena quantidade de reagentes, sem solventes orgânicos e ao uso de um *smartphone* como detector (baixo consumo de energia e análise no local), o método encontra vários aspectos de um método analítico verde.

Agradecimentos

Esta pesquisa foi apoiada pela FAPEMIG (APQ-01889-21). Os autores agradecem à FACEPE (processos APQ-0942-1.06/22, APQ-0413-1.06/21 e APQ-1003-1.06/22), ao Conselho Nacional de Ciência e Tecnologia (CNPq) (processos CNPq 421147/2018-0, 200421/2023-9 e 308422/2023-6) e à CAPES pelas bolsas concedidas. Os autores gostariam de agradecer ao Núcleo de Microscopia e Microanálise da Universidade Federal de Viçosa pelo fornecimento dos equipamentos e suporte técnico para os experimentos envolvendo microscopia eletrônica, bem como às agências de fomento (FAPEMIG, FINEP, CNPq e CAPES) pelo apoio na aquisição dos equipamentos.

Referências

1. M.S.M.S.F. Acevedo; M.J.A. Lima; C.F. Nascimento; F.R.P. Rocha. *Microchemical Journal*. **2018**, 143, 259–263.
2. H.M. Waqas Khan, N. Parikh, S.M. Megala, G.S. Predeteanu. *The American Journal of Case Reports*. **2020**, 21, e925521.
3. V.B. dos Santos, E.K.N. da Silva, L.M.A. de Oliveira, W.T. Suarez. *Food Chem*. **2019**, 285, 340–346.
4. W.T. Suarez, M.O.K. Franco, L.F. Capitán-Vallvey, M.M. *Microchemical Journal*. **2020**, 158, 105137.
5. C.L. Linster, E. Van Schaftingen. *The FEBS Journal*. **2007**, 274(1), 1-22.
6. BRASIL, Resolução RDC no 166, de 24 de julho de 2017. **2017**.
7. Instituto Nacional de Metrologia (INMETRO), DOQ-CGCRE-008. **2020**.
8. AOAC International, Appendix F: Guidelines for Standard Method Performance Requirements, in: Guidel. Stand. Method Perform. Requir. **2016**, 1–18.