

UM MÓDULO AUTOMÁTICO DE INTRODUÇÃO DE AMOSTRA PARA SISTEMAS DE ANÁLISE POR INJEÇÃO EM FLUXO

Lourival C. de Faria e Célio Pasquini

Instituto de Química – Universidade Estadual de Campinas – C.P. 6154 – CEP 13081 – Campinas – SP

Recebido em 23/04/91

A sample introduction device for Flow Injection Analysis systems was constructed using three electromechanical 3-way Teflon valves. The device is controlled by a timer circuit based on a 555 CI operating in a monostable mode. Sample volumes in the range 20-300 μl can be introduced. The device was tested in the spectrophotometric determination of Cr(VI) and conductometric determination of NH_3 . A r.s.d. of about $\pm 0.5\%$ ($n=15$) was obtained using 100 μl of a 1.0 $\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$ Cr(VI) standard solution.

I – INTRODUÇÃO

Desde sua introdução em 1975, a técnica de Análise por Injeção em Fluxo¹ vem se estabelecendo em vários campos como uma técnica analítica adequada para determinação de muitas espécies químicas em solução.

As características básicas desta técnica são: ausência de bolhas de ar, precisão, exatidão e alta frequência de amostragem. Sua versatilidade a distingue da maior parte das técnicas analíticas de automação.

Um sistema de Análise por Injeção em Fluxo envolve, basicamente, três partes: 1) Um dispositivo capaz de movimentar o fluido a uma vazão constante e uniforme; 2) Um dispositivo para introdução de um volume reproduzível da amostra no sistema de fluxo, e; 3) Um sistema de detecção capaz de monitorar uma propriedade relacionada, direta ou indiretamente, com a concentração da espécie química de interesse.

A introdução da amostra no sistema de fluxo pode ser feita manualmente com o uso de seringas², com injetores proporcionais³ ou, ainda, com válvulas rotacionais^{4,5}.

Este trabalho descreve a construção de um dispositivo automático simples, projetado para ser usado como módulo de introdução de amostra em sistemas de Análise por Injeção em Fluxo. Este módulo foi testado na determinação espectro-

tométrica de Cr(VI) e na determinação condutométrica de NH_3 .

II – PARTE EXPERIMENTAL

O módulo foi construído, utilizando-se três microválvulas eletromecânicas de três vias (NR – NResearch, 161T031, 12V, 80 mA). O arranjo dessas válvulas é mostrado na Figura 1. Uma placa de acrílico, com dimensões de 10, 8 e 5 cm de comprimento, largura e altura, respectivamente, foi usada como suporte para as válvulas. A construção do módulo foi implementada de forma que, quando as válvulas estão desligadas (A), o fluido carregador passa pela linha que leva ao detector, enquanto a amostra está sendo coletada. Quando as válvulas estão ligadas (B), o fluido carregador é desviado, levando a amostra em direção ao detector.

Um circuito temporizador, baseado no CI-555, foi construído e utilizado juntamente com um transistor TIP-121 para acionar as válvulas do módulo. O circuito é mostrado na Figura 2. O controle do tempo de introdução da amostra é feito pelo potenciômetro (P_1), e tempos de introdução da amostra de até 30 segundos podem ser selecionados. Intervalos de tempo maiores podem ser conseguidos, aumentando-se a capacitância de C_1 e a resistência de P_1 . A chave CH_1 é um

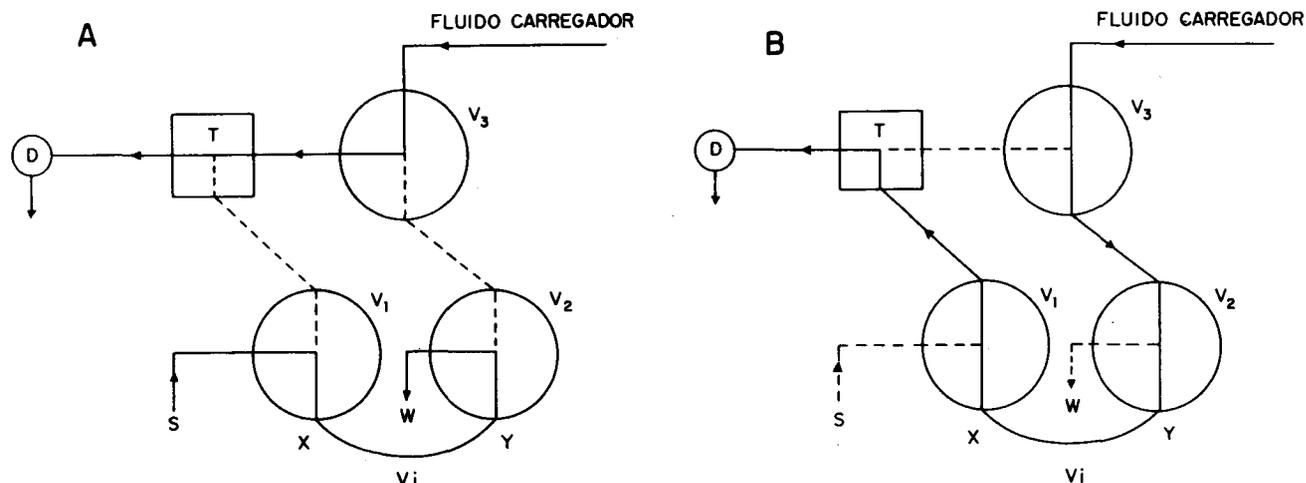


Figura 1 – Diagrama do módulo de introdução da amostra. V_1 , V_2 e V_3 , válvulas eletromecânicas; S, amostragem; V_i , volume da amostra; T, conector; D, detector; W, descarte.

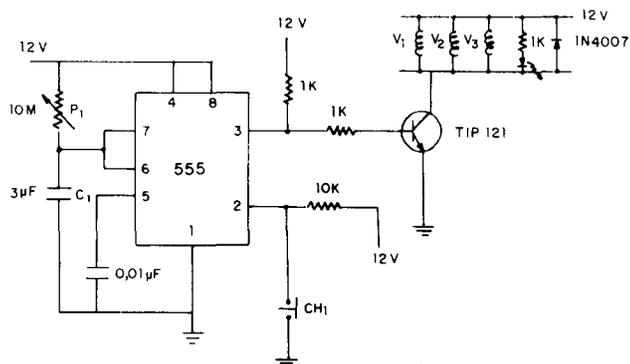


Figura 2 - Diagrama do circuito temporizador. P₁, potenciômetro; C₁, capacitor poliéster; CH₁, "push-button"; V₁, V₂ e V₃, válvulas eletromecânicas.

"push button" usada como gatilho para o CI-555, que opera no seu modo monoestável⁶.

O sistema de fluxo utilizado na determinação de Cr(VI) é mostrado na Figura 3. O sistema de fluxo e os reagentes utilizados para a determinação de NH₃ foram os mesmos já descritos anteriormente⁷. Para os testes de precisão em função do volume injetado, foi utilizado um sistema de linha única⁸, empregando água como carregador e um fotômetro simples similar a um previamente descrito⁹ ($\lambda = 560 \text{ nm}$).

III - RESULTADOS E DISCUSSÃO

O volume de amostra pode ser facilmente modificado pela substituição do segmento de tubo entre os pontos X e Y, mos-

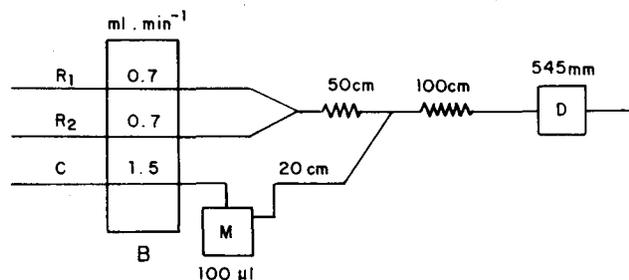


Figura 3 - Sistema de fluxo para determinação espectrofotométrica de Cr(VI). R₁, solução de ácido sulfúrico 0,80M; R₂, solução de difenilcarbazida 0,15% (m/v) em 5% de acetona; C, água destilada; B, bomba peristáltica; M, módulo de introdução da amostra; D, detector.

trados na Figura 1. Volumes a partir de 20 μl de uma solução de KMnO_4 ($5 \cdot 10^{-4}\text{M}$) foram introduzidos, com desvio padrão absoluto das alturas dos picos permanecendo constante até 300 μl . Para uma altura do sinal analítico de 9 cm, obtido com a introdução de 200 μl da solução de KMnO_4 , o desvio padrão relativo foi menor que $\pm 0,5\%$.

O módulo de introdução de amostra desenvolvido foi testado na determinação espectrofotométrica de Cr(VI), com difenilcarbazida, em meio ácido. Os sinais analíticos apresentaram um desvio padrão relativo de $\pm 0,5\%$ ($n=15$), quando foi introduzido 100 μl de uma solução padrão de Cr(VI) de $1 \mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$. A Figura 4 mostra os sinais de calibração obtidos e o teste de reprodutibilidade para a determinação de Cr(VI). Para a determinação condutométrica de NH₃, um desvio pa-

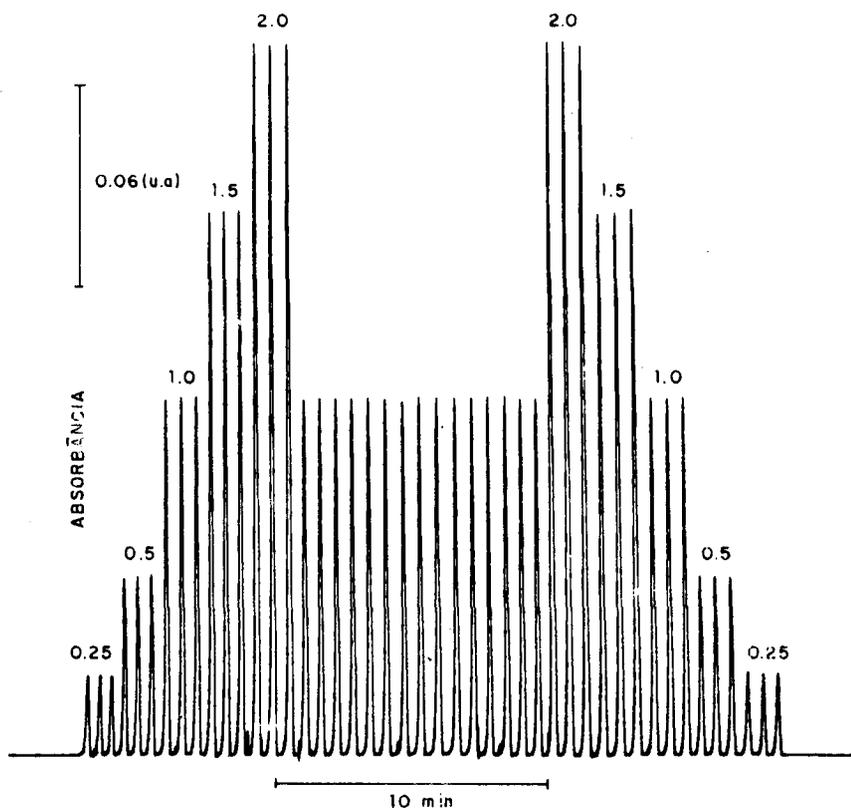


Figura 4 - Resultados do teste de reprodutibilidade. Da esquerda para a direita observam-se os sinais de 5 soluções padrões de Cr(VI) introduzidos em triplicatas, seguidos de 15 sinais de um padrão de $1 \mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$ e os mesmos padrões em ordem decrescente de concentração. Os números sobre os sinais são concentrações das soluções padrões, expressas em $\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$.

drão relativo de $\pm 0,8\%$ ($n=8$) foi obtido, quando foi introduzido o mesmo volume ($100 \mu\text{l}$) de uma solução padrão de $5 \mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$.

Os testes de reprodutibilidade demonstraram que o módulo descrito neste trabalho é adequado para ser utilizado em sistemas de Análise por Injeção em Fluxo.

As principais vantagens do módulo sobre outros existentes são: confiabilidade de operação (livre de vazamentos), emprego em qualquer tipo de solvente (as válvulas possuem corpo de teflon) e facilidade de interfaceamento com microcomputadores.

REFERÊNCIAS

1. Ruzicka, J.; Hansen, E.H.; *Anal. Chim. Acta* (1975), **78**, 145.
2. Ruzicka, J.; Stewart, J.W.B.; *Anal. Chim. Acta* (1975), **79**, 79.
3. Bergamin F., H.; Zagatto, E.A.G.; Krug, F.J.; Reis, B.F.; *Anal. Chim. Acta* (1978), **101**, 17.
4. Basson, W.D.; van Staden, J.F.; *Analyst* (1979), **104**, 167.
5. Pavón, J.L.P.; Pinto, C.G.; Cordeiro, B.M.; Méndez, J.H.; *Anal. Chem.* (1990), **62**, 2405.
6. Jung, W.G.; "IC TIMER COOKBOOK"; Howard W. Sams & Co., Inc., Indiana (1977).
7. Faria, L.C.; Pasquini, C.; *Anal. Chim. Acta* (1991), **245**, 183.
8. Ruzicka, J.; Hansen, E.H.; "Flow Injection Analysis"; Wiley, New York (1988).
9. Pasquini, C.; Raimundo Jr., I.M.; *Química Nova* (1984), **7**, 24.

Publicação financiada pela FAPESP