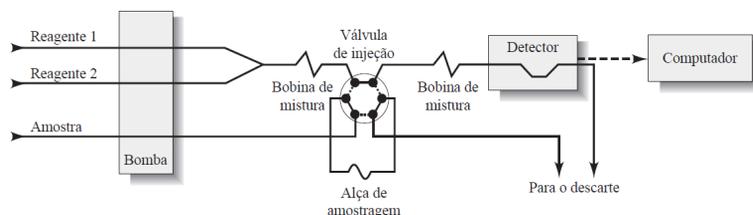


Aula

Automação e Análise em fluxo



Prof. Jany Hellen Ferreira de Jesus



1

Referências



- ▶ F. J. Holler, D. Skoog e S. Crouch. Princípios de Análise Instrumental, 6a ed.
- ▶ D. Skoog, D. West, F. J. Holler, S. Crouch. Fundamentos de Química Analítica, Thomson, 9ed.
- ▶ Daniel C. Harris, Análise Química Quantitativa, Editora LTC, 9ed.

Complementares

- ▶ J. Ruzicka, E. H. Hansen. Flow injection analysis, 2nd ed.
- ▶ B. F. Reis, M. F. Giné, E. A. M. Kronka. Análise química por injeção em fluxo contínuo, Química nova, vol 12(1) 1989.

2

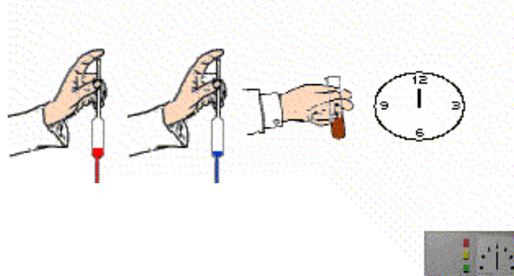
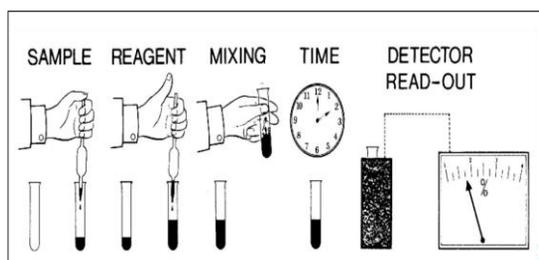
2

Automação em Química Analítica

1

3

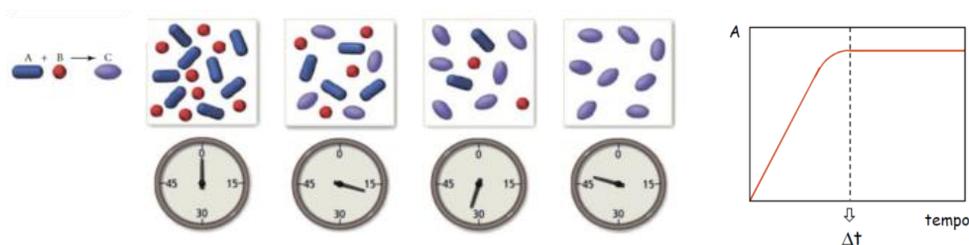
Análise Quantitativa



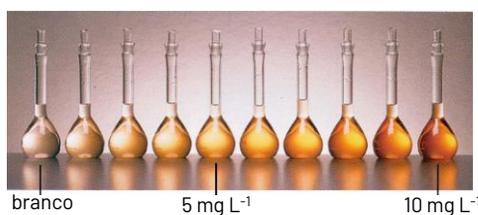
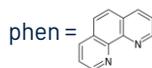
4

4

Análise Quantitativa



Exemplo: determinação de ferro com 1,10-fenantrolina



5

5

Automação em Química Analítica

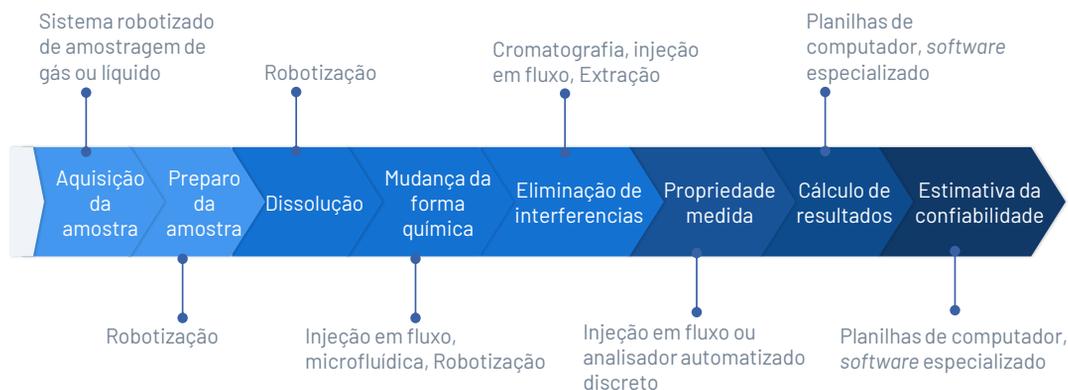


- ▶ Um dos principais desenvolvimentos na química analítica durante as últimas décadas;
- ▶ Mínimo de intervenção do operador;
- ▶ Apareceram pela primeira vez em laboratórios clínico (30 espécies ou mais eram determinadas rotineiramente);
- ▶ Se espalhou para o controle de processos industriais e, mais tarde, para laboratórios de pesquisa farmacêutica, ambiental, forense, governamental e universitária.
- ▶ Hoje, muitas determinações de rotina, são feitas com sistemas total ou parcialmente automatizados.

6

6

Automação em Química Analítica



7

Fonte: Adaptado de F. J. Holler, D. Skoog e S. Crouch. Princípios de Análise Instrumental, 6a ed.

7

Automação vs. mecanização (IUPAC)



- ▶ **Mecanização:** uso de dispositivos para substituir, refinar, ampliar ou suplementar o esforço humano.
- ▶ **Automação:** uso combinado de dispositivos mecânicos e instrumentais para substituir, refinar, ampliar ou suplementar *o esforço e inteligência humanos* no desempenho de um dado processo, no qual pelo menos uma das principais operações é controlada sem a intervenção humana, por um sistema de realimentação.



8

Fonte: J. Autom. Chem., 16(1994) 43-57.

8

Por que automatizar procedimentos analíticos?

9

Automação em Química Analítica



Vantagens

- Econômica
- Velocidade
- Número de determinações por dia (rendimento) maior do que com métodos manuais.
- Resultados mais reprodutíveis durante um longo período
- Capacidade de processar amostras perigosas
- Minimização de erros de cálculo
- Registro direto dos resultados em bancos de dados e sistemas de armazenamento

Desvantagens

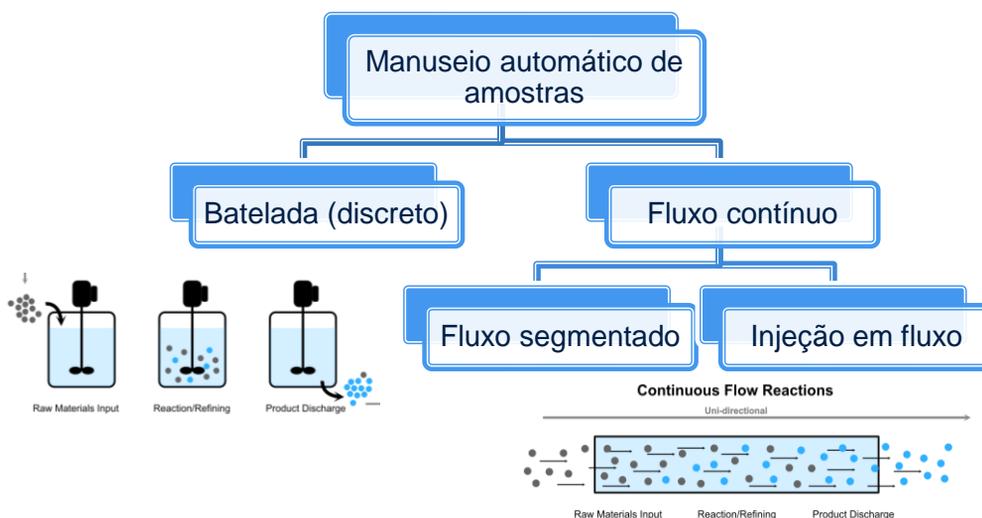
- Requer investimento financeiro
- Suporte e manutenção (caros)
- Monopólio
- Demissão de funcionários
- Trabalho tedioso e solitário
- Perda de informações detalhadas sobre o processo



10

10

Automação em Química Analítica

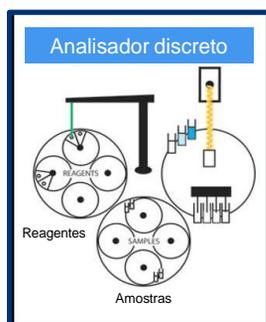


11

Fonte: <https://www.novasynt.com/flow-tech>

11

Automação em Química Analítica



Em um **analizador discreto**, as amostras individuais são mantidas em recipientes separados durante cada operação.

Em **sistemas de fluxo contínuo**, as amostras tornam-se uma parte de uma corrente na qual as várias operações ocorrem à medida em que ela é levada desde o ponto de injeção até o descarte.



12

Fonte: <https://anchrom.in/blogs/discrete-analyzer-vs-continuous-flow-analysis/>

12

Análise por Injeção em Fluxo (FIA)

2

13

Análise por Injeção em Fluxo (FIA)



- ▶ Descrito pela primeira vez por Ruzicka e Hansen na Dinamarca e Stewart e colegas de trabalho nos Estados Unidos (meados 1970).
- ▶ Variação dos procedimentos de **fluxo segmentado**, usados em laboratórios clínicos.



J. Ruzicka e E.H. Hansen

Analytica Chimica Acta, 78 (1975) 145-157

© Elsevier Scientific Publishing Company, Amsterdam - Printed in The Netherlands

145

FLOW INJECTION ANALYSES

PART I. A NEW CONCEPT OF FAST CONTINUOUS FLOW ANALYSIS

J. RŮŽIČKA and E. H. HANSEN

Chemistry Department A, The Technical University of Denmark, Building 207, Lyngby (Denmark)

(Received 10th February 1975)

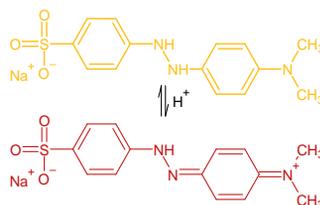
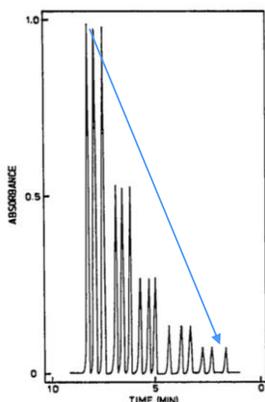
14

Fonte: J. Ruzicka, E.H. Hansen. Flow injection analyses: Part I. A new concept of fast continuous flow analysis. *Analytica Chimica Acta*, Vol 78, 1975, p 145-157. E. H. Hansen, Chapter 1 - Flow Injection Analysis: Its Origins and Progress, *Comprehensive Analytical Chemistry*, Vol 54, 2008, p 3-21.

14

Determinação espectrofotométrica do alaranjado de metila

Injetou a forma básica amarela em uma corrente transportadora ácida → líquido da corrente fosse o transporte e o reagente para o desenvolvimento da cor.



Resultados:

- segue a lei de Lambert-Beer;
- a injeção manual permite uma alta precisão;
- não há sobreposição entre amostras, mesmo a 270 amostras/hora, pois o sinal atinge a linha de base.

15

Fonte: J. Ruzicka, E.H. Hansen. Flow injection analyses: Part I. A new concept of fast continuous flow analysis. Analytica Chimica Acta, Vol 78, 1975, p 145-157.

15

Análise por Injeção em Fluxo (FIA)

Analyst, July, 1977, Vol. 102, pp. 503-508

503

Rapid Determination of Sulphate in Natural Waters and Plant Digests by Continuous Flow Injection Turbidimetry

F. J. Krug, H. Bergamin Filho, E. A. G. Zagatto and S. Storgaard Jørgensen*

Centro de Energia Nuclear na Agricultura (CENA), C.P. 96-13400 Piracicaba, São Paulo, Brazil



Centro de Energia Nuclear na Agricultura
Campus "Luiz de Queiroz" - Piracicaba



H. Bergamin Filho

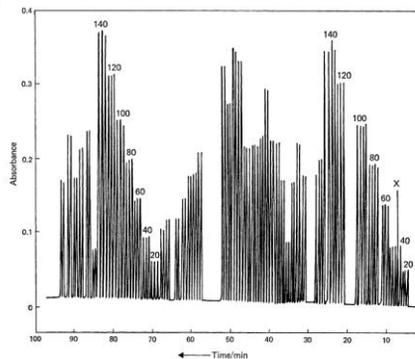


E. A. G. Zagatto



F. J. Krug

- BaCl_2 - poli(álcool vinílico) + HCl são bombeados para formar um fluxo no qual 0,4 ml de amostra é injetado e transportado através de uma bobina em direção ao sistema de detecção.



16

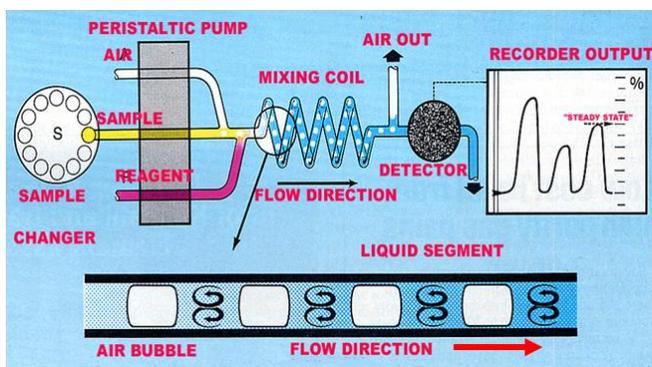
Fonte: F. J. Krug, H. B. Filho, E. A. G. Zagatto, S. S. Jørgensen. Rapid-determination of sulfate in natural waters and plant digests by continuous-flow injection turbidimetry, Analyst, 1977, vol 102, 503.

16

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) O que lhe precede?



- ▶ São uma consequência dos procedimentos em fluxo segmentado, muito usados em laboratórios clínicos 1960-1970



17

17

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) O que lhe precede?

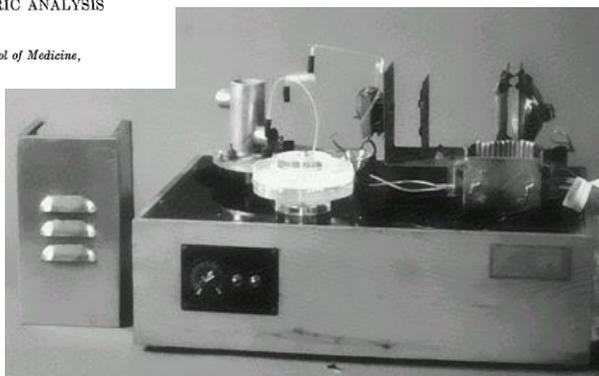


TECHNICAL SECTION

AN AUTOMATIC METHOD FOR COLORIMETRIC ANALYSIS

LEONARD T. SKEGGS, JR., Ph.D.

Department of Pathology, Western Reserve University School of Medicine,
Cleveland, Ohio



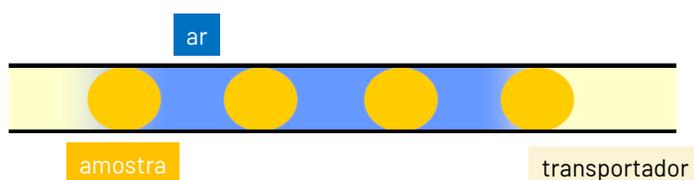
18 L.T. Skeggs Jr.; An automatic method for colorimetric analysis. *The American Journal of Clinical Pathology*, 28 (1957) 311-322.

18

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) O que lhe precede?



- ▶ **Sistemas de fluxo segmentado:**
 - ▶ Fabricados por uma única companhia nos EUA;
 - ▶ Amostras levadas por uma solução aquosa fluindo que continha bolhas de ar espaçadas proximamente.



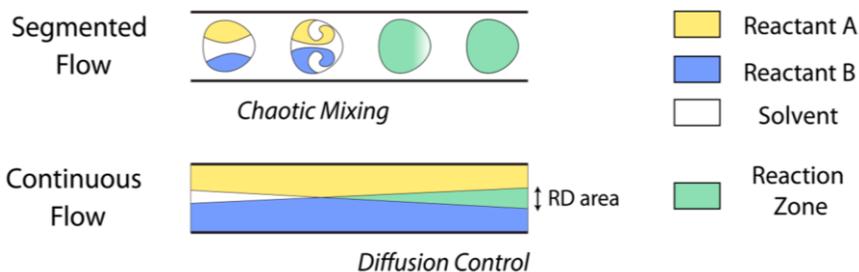
19

19

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) O que lhe precede?



- ▶ **Bolhas:** prevenir a dispersão excessiva da amostra, promover a mistura de amostras e reagentes por turbulência e lavar as paredes do tubo condutor, prevenindo intercontaminação entre amostras.



20

20

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) O que lhe precede?



- Problemas de dispersão poderiam ser evitados em um sistema adequadamente projetado, sem bolhas de ar, e que a mistura de reagentes e amostra fosse conseguida.

Resultados (vantagens):

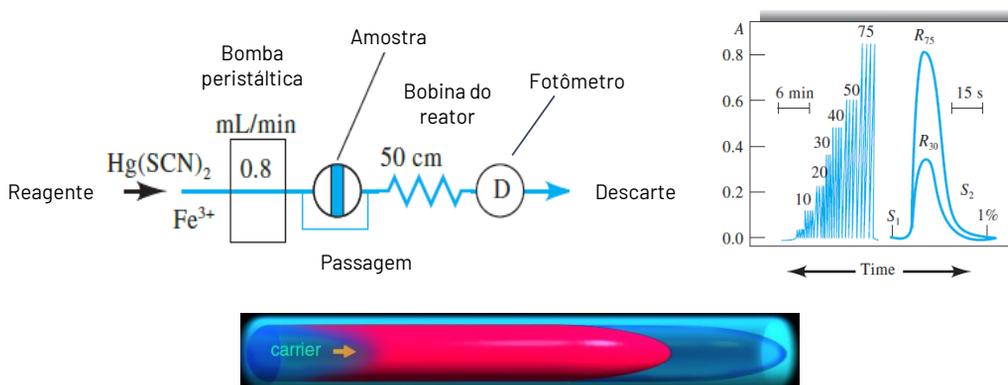
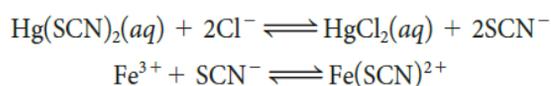


- **Velocidades** mais altas de análise (100 a 300 amostras por hora);
- Melhora no **tempo de resposta** (<1min entre injeção e resposta do detector);
- **Tempos menores** para iniciar e desligar o sistema;
- Equipamento ficou **mais simples e flexível**.

21

21

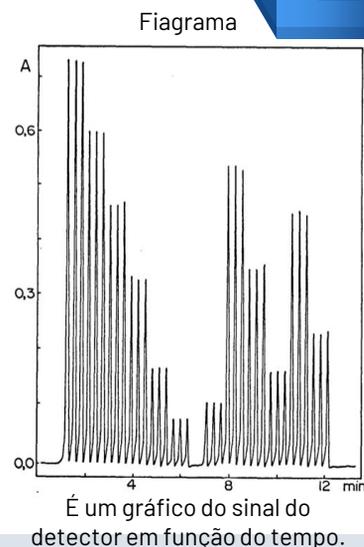
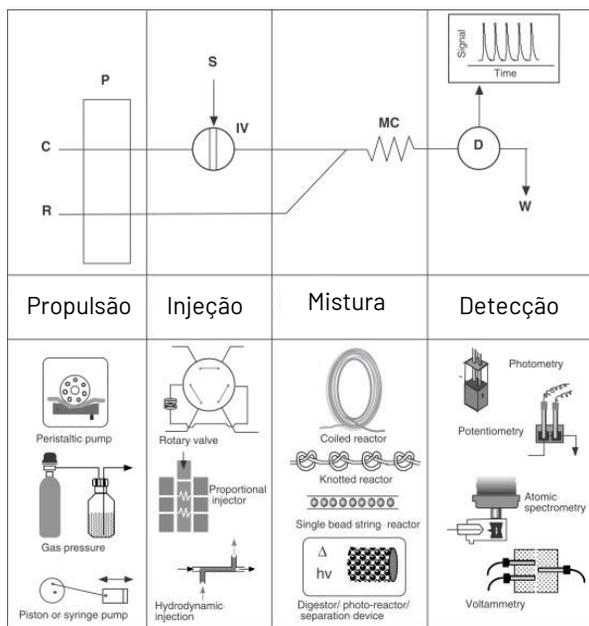
Análise por Injeção em Fluxo - Componentes



22

Fonte: Adaptado de F. J. Holler, D. Skoog e S. Crouch. Princípios de Análise Instrumental, 6a ed.

22



23

Fonte: Ian D. McKelvie, Chapter 4 - Principles of Flow Injection Analysis, Comprehensive Analytical Chemistry, Vol 54, 2008, pp 81-109.

23

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) - Propulsão

- Unidade de propulsão de fluídos - **Bomba Peristáltica;** Bombas de pistão (seringa); Gravidade.

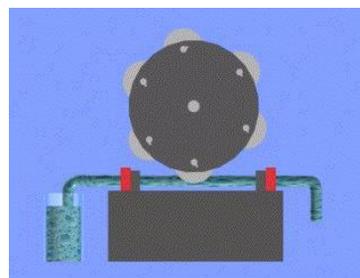
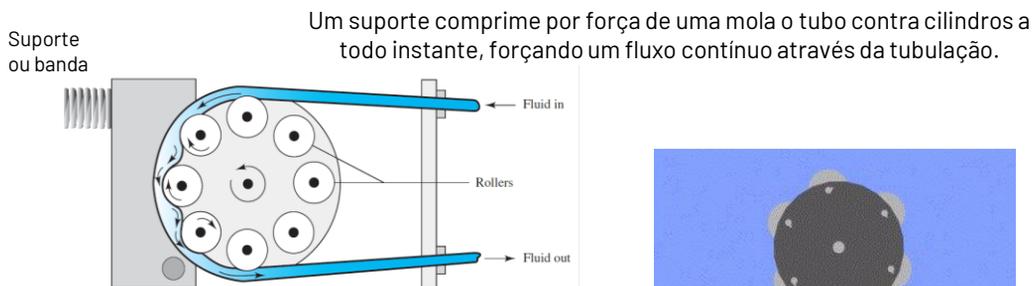


Permite acesso direto ao transportador.
Preenchimento e lavagem rápida dos sistemas

24

24

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) - Propulsão



Vazão:

- Velocidade da bomba peristáltica (motor >30rpm)
 - Diâmetro interno no tubo (0,25 - 4 mm)
- (0,0005 ml/min - 40 ml/min)



Os tubos utilizados nesse tipo de dispositivo sofre um desgaste considerável quando utilizada por longos períodos de tempo ou com solventes orgânicos.

25

Fonte: Adaptado de F. J. Holler, D. Skoog e S. Crouch. Princípios de Análise Instrumental, 6a ed.

25

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) - Propulsão



- ▶ Unidade de propulsão de fluídos - **Bombas de pistão** (seringa);

Quando os pistões são movidos para baixo, eles criam uma força sobre o líquido no cilindro, gerando pressão. Esse líquido pressurizado, por sua vez, exerce uma força sobre o êmbolo, movendo-o para cima.



Ritmos de amostragem bastantes baixos por necessitar de reenchimentos constantes.

26

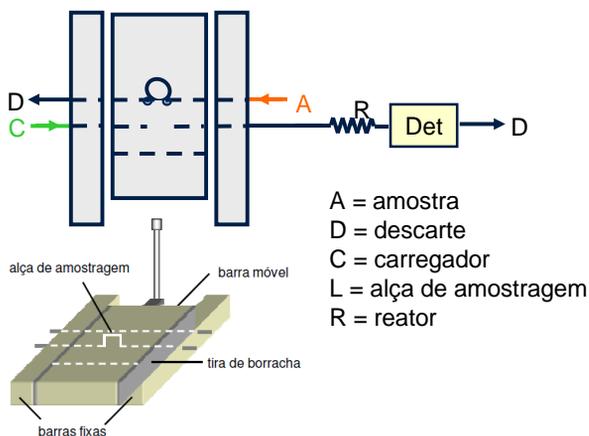
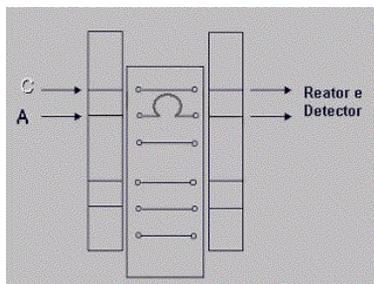
26

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) - Injeção



▶ Injeção da Amostra – Injetor comutador (mais comum)

3 peças de acrílico, sendo 2 fixas e 1 móvel. A peça central pode ser deslocada em relação as laterais, com um movimento pra frente e para trás, inserindo a amostra no percurso analítico.



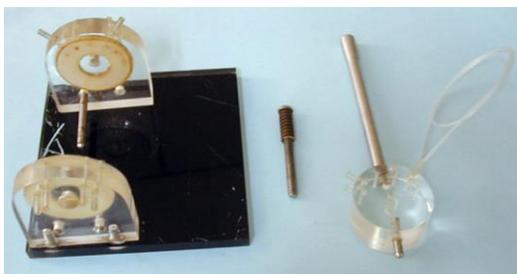
27

27

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) - Injeção



▶ Injeção da Amostra – Injetor comutador



28

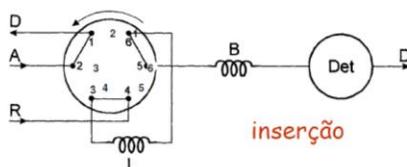
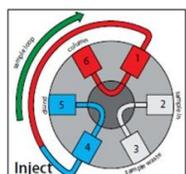
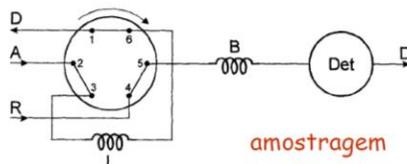
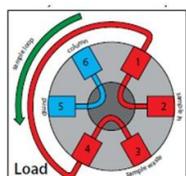
28

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) - Injeção



► Injeção da Amostra - válvula rotária

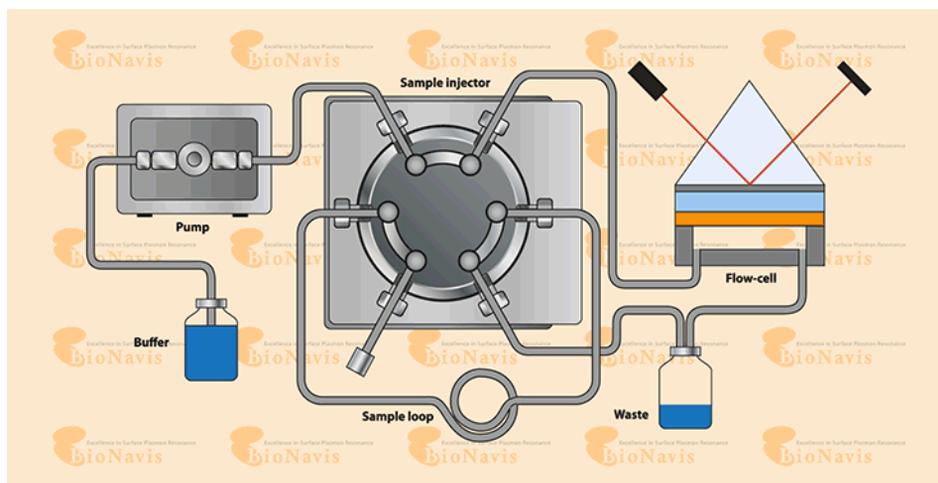
A amostra é carregada e o fluxo permanece desviado durante a injeção, ele é desviado e passa através do outro canal, junto com o fluido carregador.



29

29

Análise por Injeção em Fluxo (FIA)



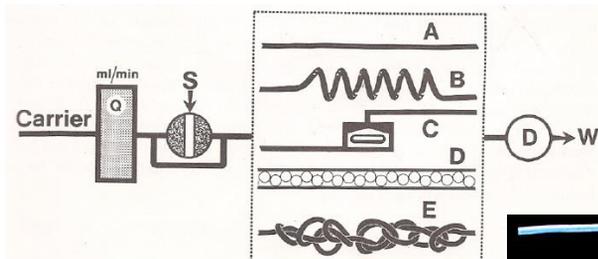
30

30

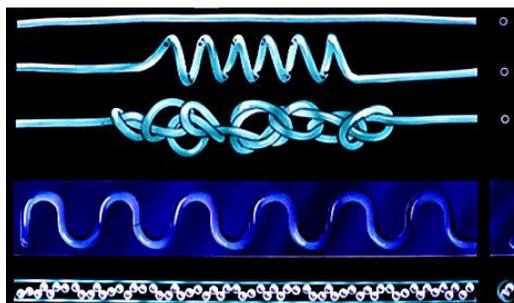
Análise por Injeção em Fluxo - Mistura e Reação



- ▶ Bobina ou Reator: Local em que ocorrem as reações químicas



- a = reator tubular aberto linear
- b = reator tubular enrolado
- c = câmara de mistura
- d = reator empacotado com sólido inerte
- e = reator tubular "enovelado"



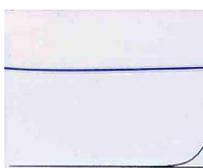
31

31

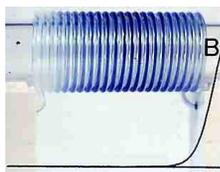
Análise por Injeção em Fluxo - Mistura e Reação



- ▶ Bobina ou Reator



Reator linear



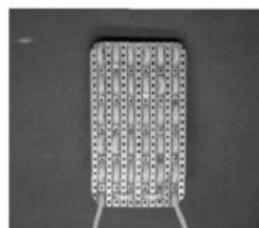
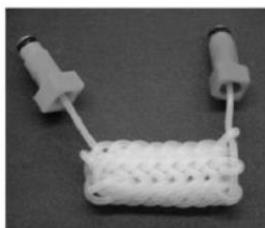
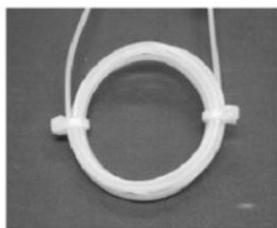
Reator enrolado



Reator com bolas de vidro



Reator em placa



32

32

Análise por Injeção em Fluxo - Mistura e Reação



- ▶ Configuração da bobina enrolada ou enovelada → introduzindo curvas no percurso.
- ▶ Os choques da região central da zona de amostra com as paredes do tubo provocam turbulências que diminuem sua velocidade e promovem a mistura entre as soluções (favorece a dispersão radial sobre a dispersão puramente longitudinal no tubo reto).
- ▶ Com isso a zona de amostra ocupa um menor espaço no reator, a mistura com o reagente é mais eficiente e a lavagem do sistema é mais rápida.

33

33

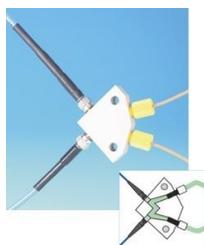
Análise por Injeção em Fluxo - Detecção



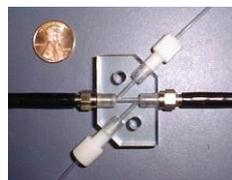
- Ópticos
espectrofotometria UV-vis, fluorescência, AAS, ICP's, quimiluminescência...
- Eletroquímicos
amperometria, potenciometria, voltametria...



Célula Fotométrica



Fluorescência



Célula Fotométrica

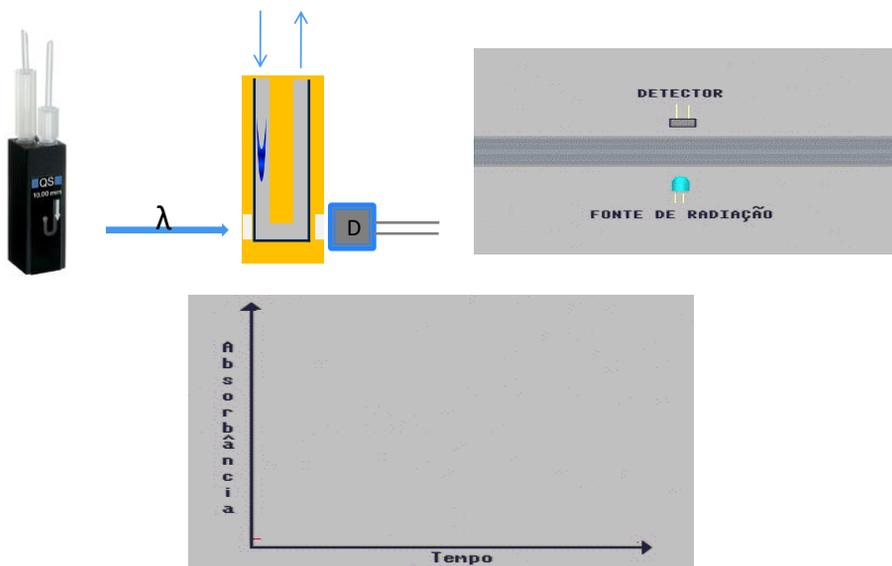


Célula Amperométrica

34

34

Análise por Injeção em Fluxo - Células de fluxo



35

35

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) Equipamentos comerciais



FIA Lab 2500

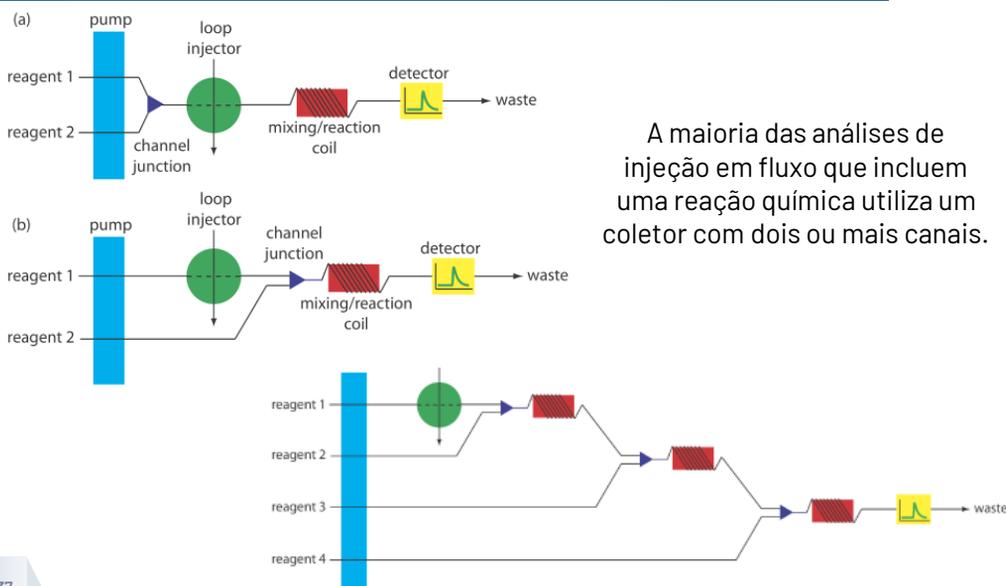


FIA Lab 3500

36

36

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) – Princípios

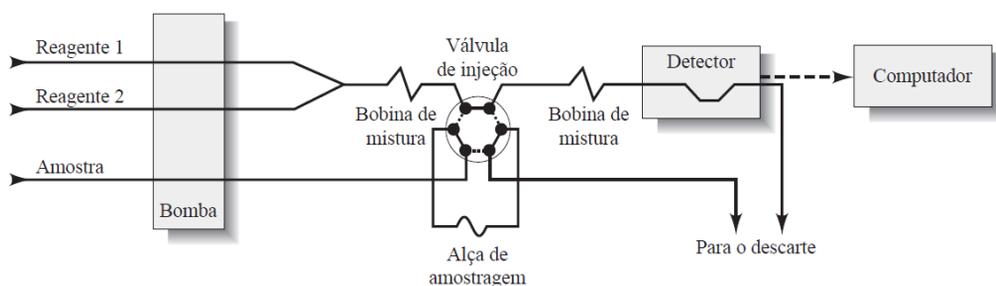


A maioria das análises de injeção em fluxo que incluem uma reação química utiliza um coletor com dois ou mais canais.

37

37

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) – Princípios



38

38

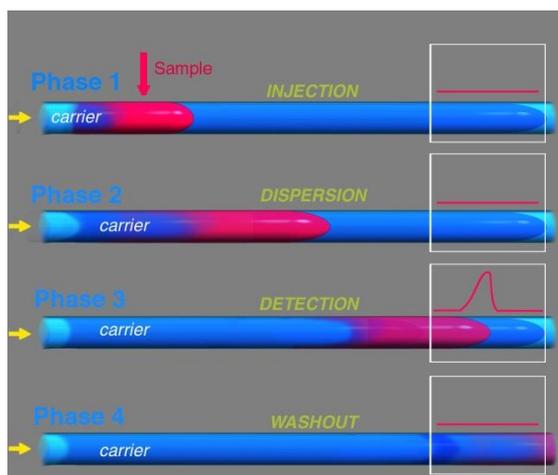
Análise por Injeção em Fluxo (FIA)



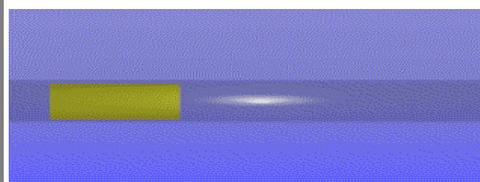
39 <https://www.youtube.com/watch?v=q7EdY21MDrM>

39

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) – Princípios



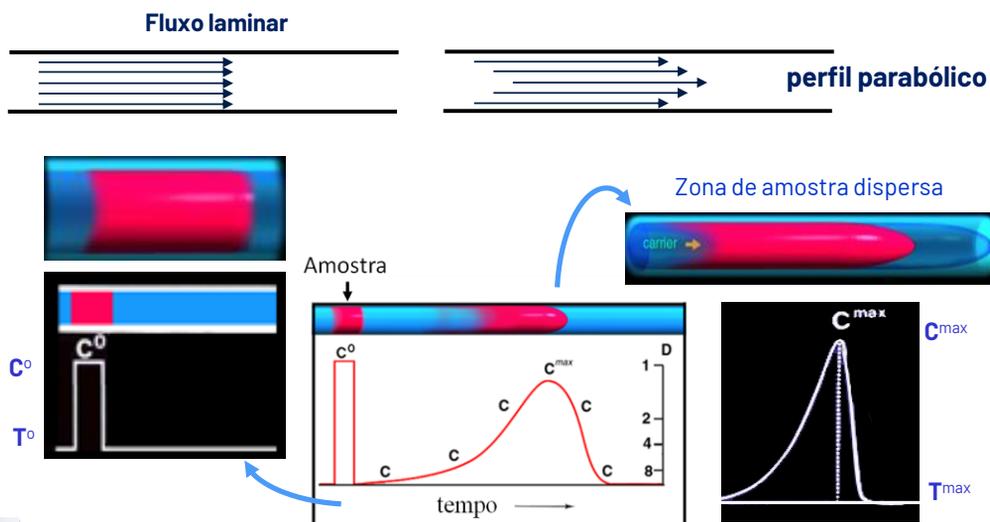
- ▶ Imediatamente após a injeção com uma válvula de amostragem, a zona de amostra em um aparelho de injeção de fluxo tem o perfil de concentração retangular. À medida que se move através da tubulação, ocorre o alargamento da banda (dispersão).



40

40

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) – Princípios



41

41

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) – Princípios



$$R_e = \frac{4\rho Q}{2\pi Rv}$$

ρ : densidade (g mL⁻¹)

Q : vazão mL min⁻¹

R : raio do tubo

v : viscosidade

Q : 0,3-3,0 mL min⁻¹

R = 0,3 mm

R_e = número de Reynolds

R_e : 20-130

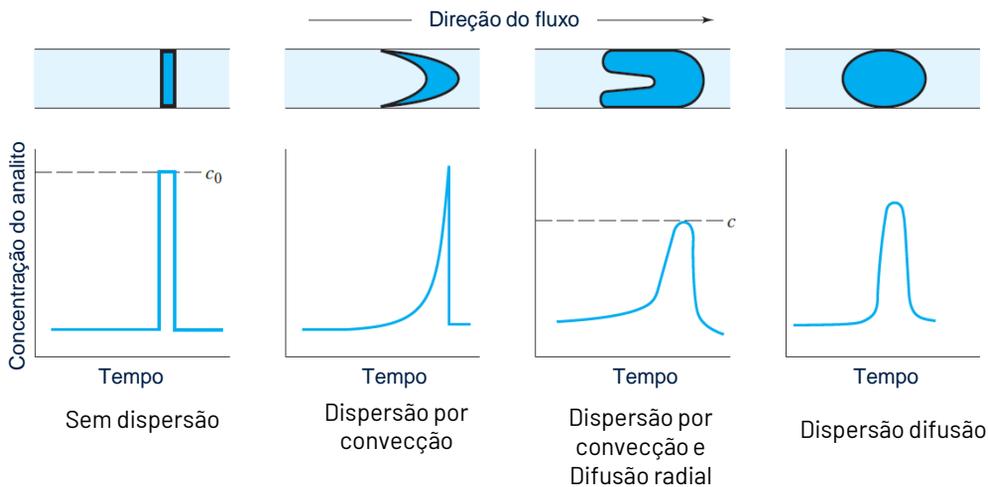
Trabalhamos com
fluxo laminar !!

Fluxo { laminar ($Re < 2100$)
turbulento ($Re > 2100$)

42

42

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) – Princípios



43

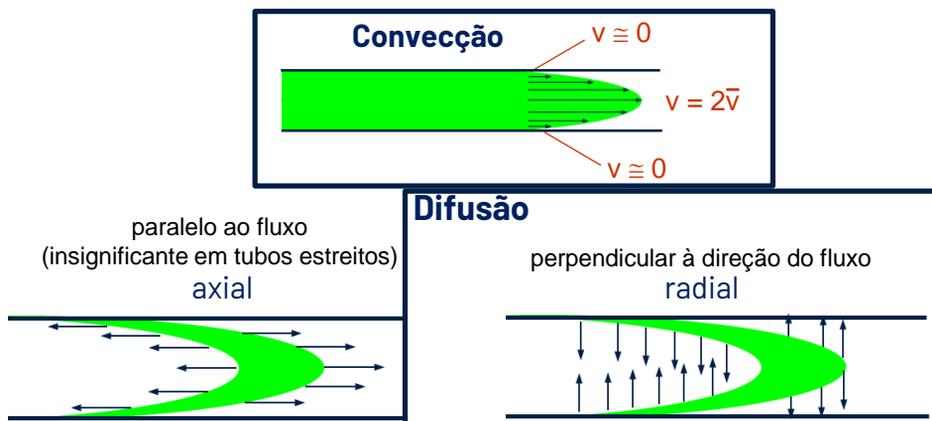
Fonte: Adaptado de F. J. Holler, D. Skoog e S. Crouch. Princípios de Análise Instrumental, 6a ed.

43

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) – Princípios



A convecção é decorrente do fluxo laminar, na qual o centro do fluido se move mais rapidamente que o líquido adjacente às paredes, criando a frente parabólica



Difusão radial evita contaminação entre amostras

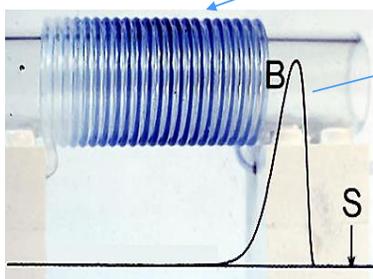
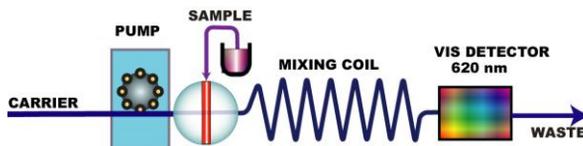
44

44

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) – Princípios



- ▶ Dispersão é conceito fundamental!



Perfil de pico gerado devido ao gradiente de concentração gerado pelos fenômenos de dispersão.

A dispersão resulta de dois processos: **convecção** devido ao fluxo da corrente transportadora e **difusão** devido ao gradiente de concentração entre a amostra e a corrente transportadora.

45

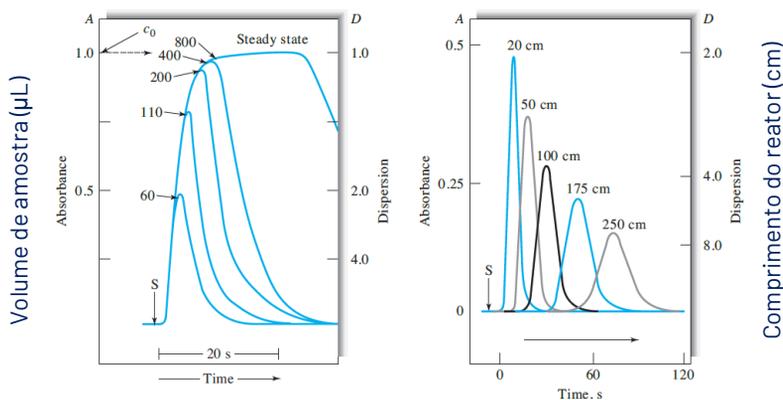
45

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) – Princípios



- ▶ Fatores que afetam a dispersão:

- ▶ Volume de amostra injetado
- ▶ Tempo de viagem entre o ponto de injeção e detector
- ▶ Processo de dispersão



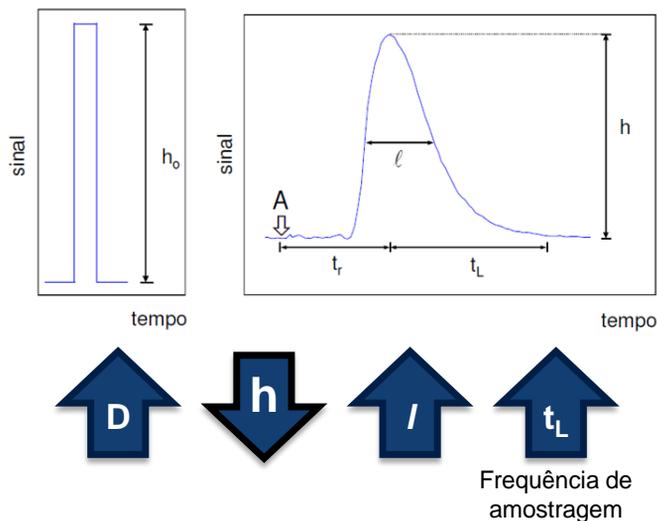
46

46

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) – Princípios



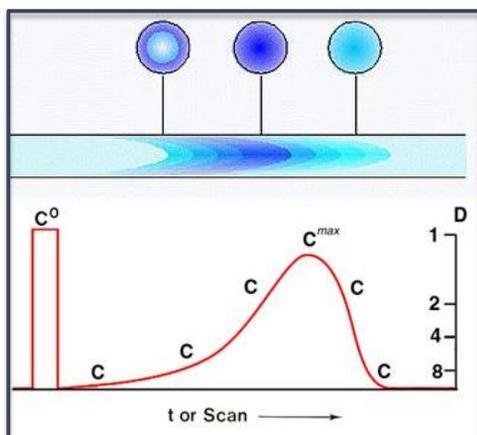
- ▶ Dispersão é conceito fundamental!



47

47

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) – Princípios



$$D = \frac{C^0}{C^{max}} = \frac{h^0}{h}$$

Dispersão Limitada → $D = 1 - 3$
Dispersão Média → $D = 3 - 10$
Dispersão Grande → $D = 10 - 10000$

Para se obter dispersão limitada ($D = 1 - 3$), o percurso entre o injetor e o detector deve ser bastante pequeno

Sistemas com Dispersão limitada é aplicada para

- medidas de pH
- condutividade

48

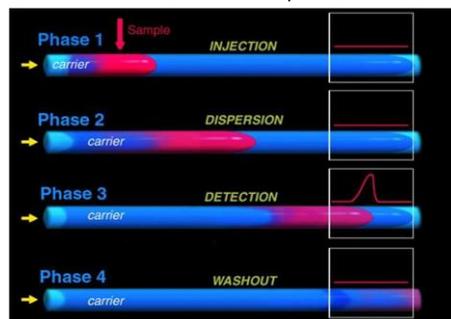
48

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) – Princípios



- ▶ Fenômenos de dispersão da zona de amostra condicionam a mistura amostra/reagente e por conseguinte o desenvolvimento da reação.
- ▶ Configuração de uma montagem de fluxo (seleção dos parâmetros analíticos) procura maximizar a mistura sem afetar a sensibilidade.

Quatro etapas



49

49

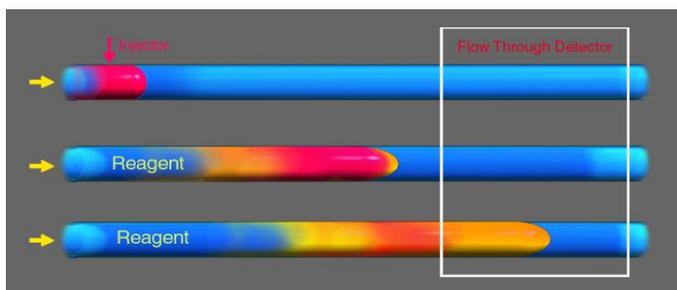
Análise por Injeção em Fluxo (FIA) – Princípios



Processo físico da dispersão da zona de amostra



processo químico de formação de uma espécie detectável

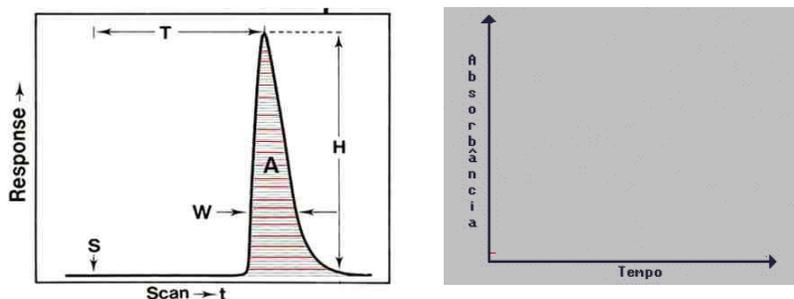


- ▶ Os processos ocorrem simultaneamente e geram, em conjunto com as características físicas do sistema, a curva de resposta.

50

50

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) – Princípios

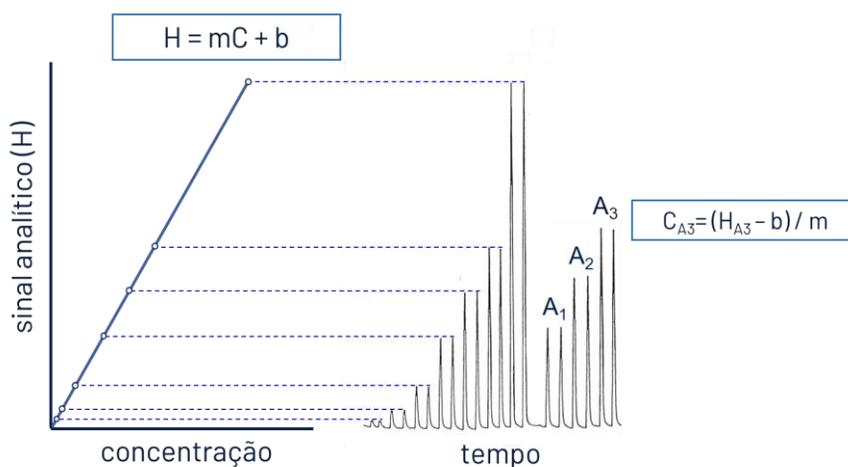


- Altura (H) como parâmetro;
- Depende da vazão e da cinética da reação;
- Normalmente é obtido de 30 – 40 s após a injeção da mostra;
- Frequência analítica elevada.

51

51

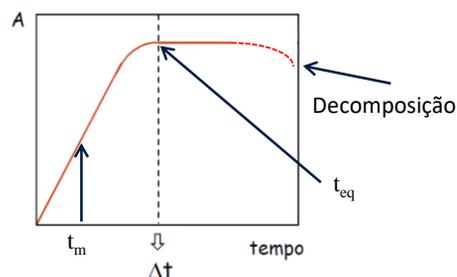
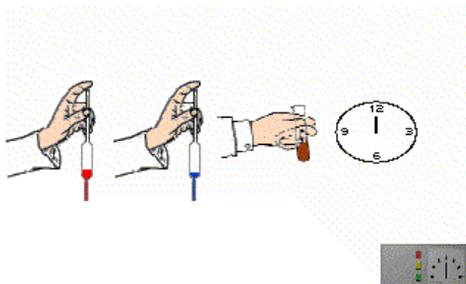
Análise por Injeção em Fluxo (FIA) – Aplicação



52

52

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) – Princípios



- ▶ Pode ser realizada sem a necessidade do equilíbrio físico ou químico
- Temporização reprodutível
- Dispersão controlada
- Exploração de aspectos cinéticos

53

53

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) – Aplicação

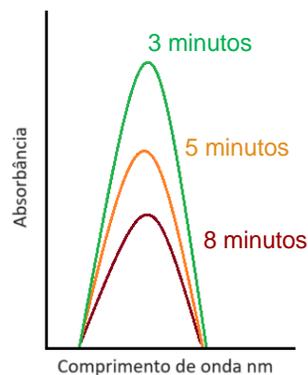


- ▶ Monitoramento de espécies instáveis



Dificuldade em assegurar os mesmos intervalos de tempo entre a mistura de reagentes e análises da amostra

Impossibilidade de obter o sinal analítico num intervalo de tempo muito curto (intermediários)



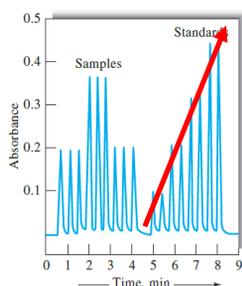
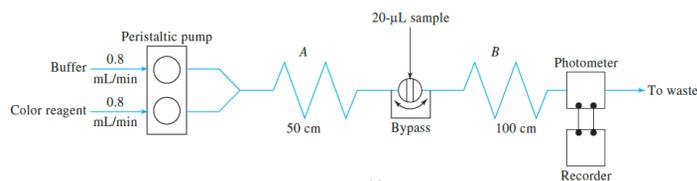
54

54

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) – Aplicação



Dispositivo para injeção em fluxo para a determinação de cálcio em água pela formação de um complexo colorido com o-cresoltaleína complexona em pH 10.



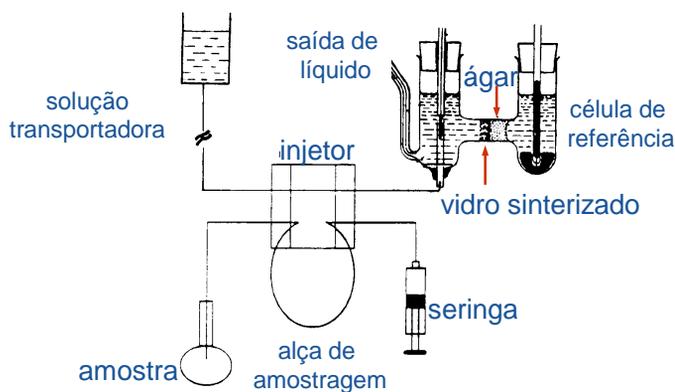
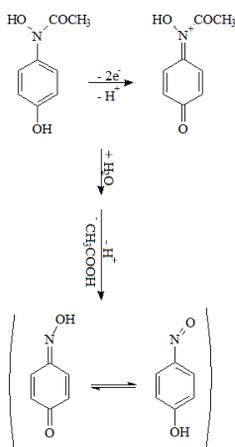
55

55

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) – Aplicação

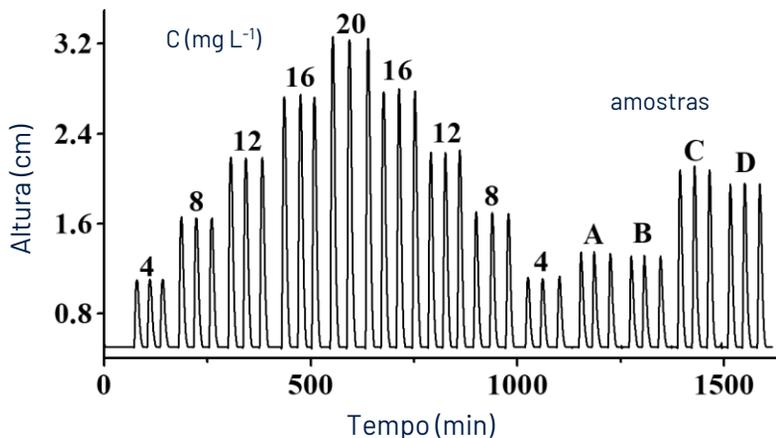


- Determinação de paracetamol



56

56



57

57

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) – Aplicação



► Formação de picos duplos

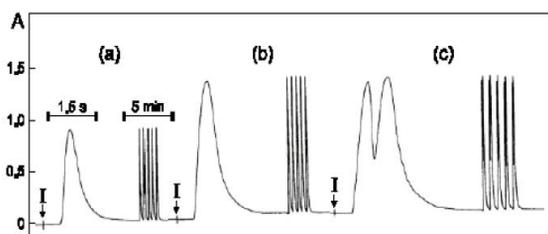
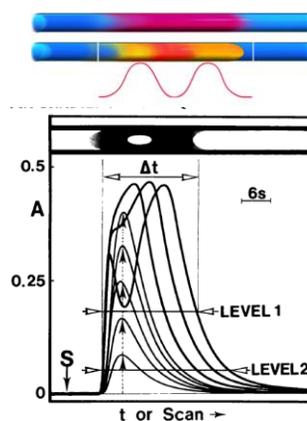


FIGURE 2. DOUBLE-PEAK FORMATION IN A SINGLE-LINE SYSTEM (FIGURE 1A) EMPLOYING THE REACTION OF COPPER(II) WITH PAR. SAMPLE LOOPS: (A) 20 cm; (B) 45 cm AND (C) 100 cm. B = 100 cm; C = 1×10^{-3} mol L⁻¹ PAR; S = 5 mg L⁻¹ Cu²⁺. A: ABSORBANCE; I: INSTANT OF SAMPLE INSERTION.

1. Dispersão diminui com aumento da alça de amostragem
2. Pico duplo devido à falta de reagente no centro da zona amostral.



58

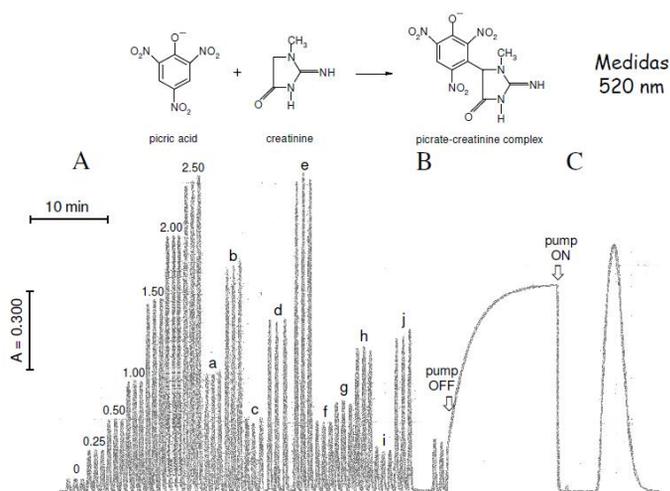
F. R. P. Rocha and J. A. Nóbrega, Flow Injection Analysis in the Undergraduate Laboratory Vol. 4, No. 5 The Chemical Educator

58

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) – Aplicação



- Determinação de creatinina em urina



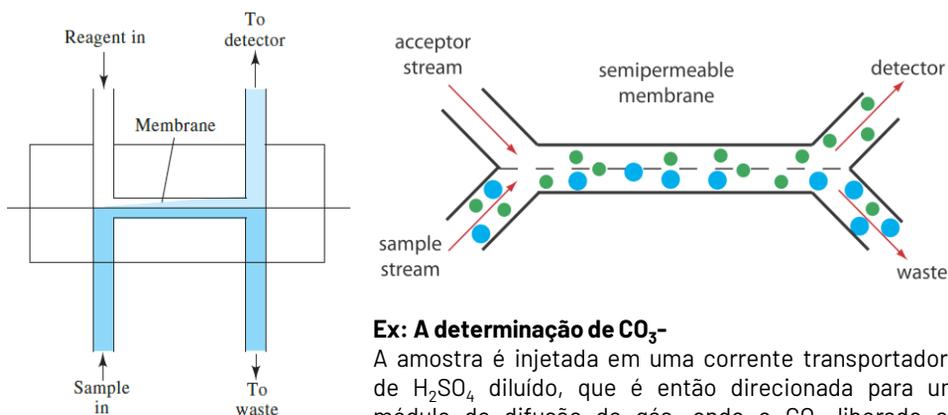
59

59

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) – Separações



- Diálise e Difusão gasosa



Ex: A determinação de CO_3^-

A amostra é injetada em uma corrente transportadora de H_2SO_4 diluído, que é então direcionada para um módulo de difusão de gás, onde o CO_2 liberado se difunde em uma corrente contendo um indicador ácido-base → detector fotométrico.

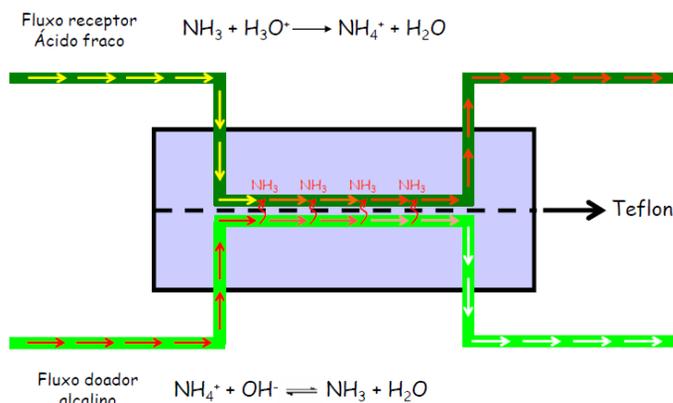
60

60

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) – Separações



► Difusão gasosa



61

Fonte: Analytical Chemistry, 60, 2 - 4, 1988

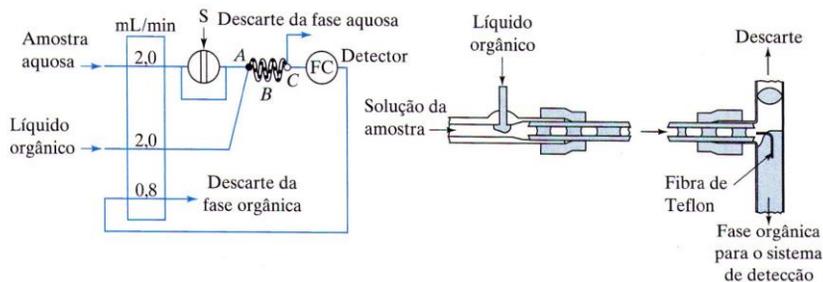
61

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) – Separações



► Extração com solvente

A solução orgânica é injetada na corrente transportadora contendo a amostra. A corrente se torna segmentada neste ponto e é composta por bolhas sucessivas da solução aquosa e do solvente orgânico. A extração do complexo metálico ocorre na bobina do reator. A separação dos líquidos imiscíveis ocorre no separador em forma de T.



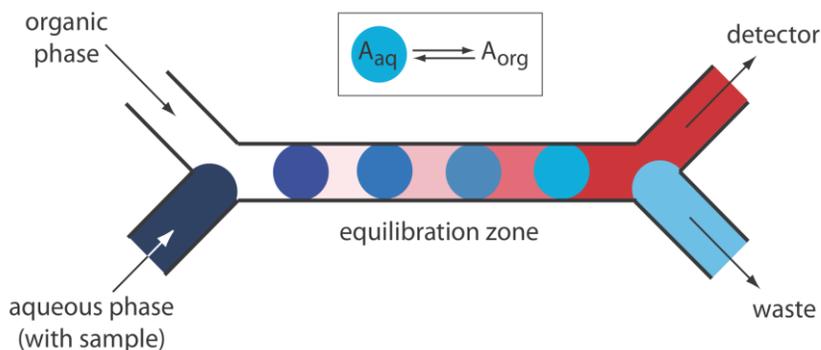
62

62

Análise por Injeção em Fluxo (FIA) – Separações



▶ Extração



63

63

Análise por Injeção em Fluxo (FIA)

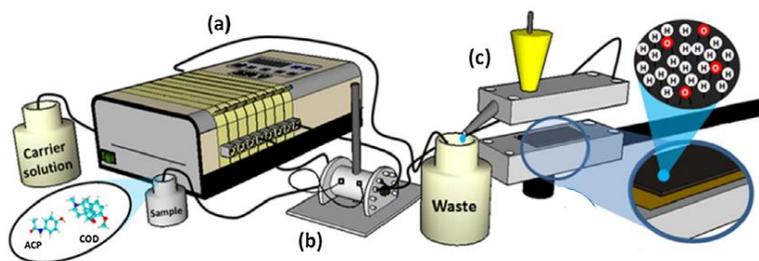
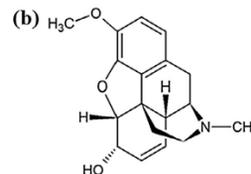
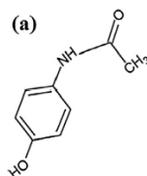


ORIGINAL ARTICLE

Flow injection analysis system with electrochemical detection for the simultaneous determination of nanomolar levels of acetaminophen and codeine

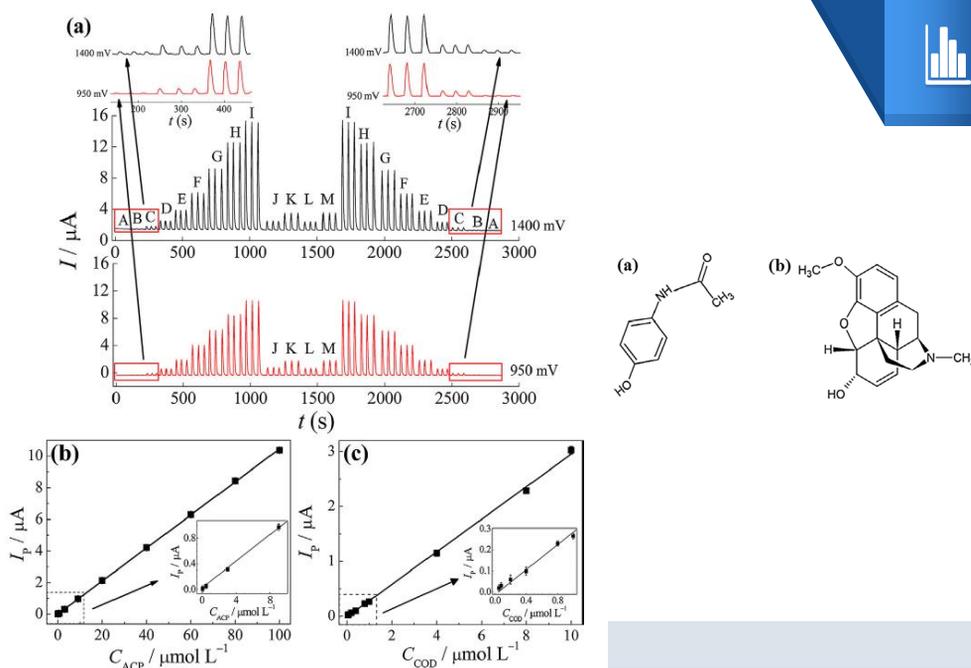


Anderson Martin Santos^a, Tiago Almeida Silva^a, Fernando Campanhã Vicentini^{b,c}, Orlando Fatibello-Filho^a



64

64



65

65

Análise por Injeção em Fluxo (FIA)

Table 2 Comparison of the results obtained by the proposed FIA-MPA method and a HPLC method for the simultaneous determination of ACP and COD in commercial pharmaceutical formulation samples ($n = 3$).

Sample	ACP			COD		
	HPLC	FIA-MPA	Error (%) ^a	HPLC	FIA-MPA	Error (%) ^a
J	576 ± 12	527 ± 7	-8.5	29.0 ± 0.4	27.8 ± 0.2	-4.1
K	525 ± 1	522 ± 6	-0.57	6.1 ± 0.1	6.7 ± 0.7	9.8
L	553 ± 8	507 ± 2	-8.3	26.6 ± 0.7	28.1 ± 0.5	5.6
M	541 ± 4	510 ± 3	-5.7	5.7 ± 0.1	5.9 ± 0.7	3.5

^a Error (%) = [(FIA-MPA value - HPLC value)/HPLC value] × 100.

Table 3 Simultaneous determination of ACP and COD in synthetic biological fluid samples ($n = 3$).

Sample	ACP			COD		
	Added ($\mu\text{mol L}^{-1}$)	Found ($\mu\text{mol L}^{-1}$)	Recovery (%) ^b	Added ($\mu\text{mol L}^{-1}$)	($\mu\text{mol L}^{-1}$)	Recovery (%) ^b
Urine	2.00	1.84 ± 0.04	92.0	0.60	0.64 ± 0.04	107
	50.0	49.1 ± 0.6	98.2	5.0	5.1 ± 0.3	102
H. S. ^a	2.00	1.85 ± 0.04	92.5	0.60	0.65 ± 0.02	108
	50.0	49.7 ± 0.3	99.4	5.0	4.9 ± 0.4	98

^a H.S. = Human serum.

^b Recovery (%): (Found value/Added value) × 100.

66

66

Análise por Injeção em Fluxo (FIA)



- ▶ Menor: envolvimento do analista, consumo de reagents, tempo por análise
- ▶ Melhor: precisão, reprodutibilidade
- ▶ Permite a exploração de aspectos cinéticos



67

67

Materiais complementares



ORIGINAL ARTICLE

Flow injection analysis system with electrochemical detection for the simultaneous determination of nanomolar levels of acetaminophen and codeine



Anderson Martin Santos^a, Tiago Almeida Silva^a, Fernando Campanhã Vicentini^{b,*}, Orlando Fatibello-Filho^a

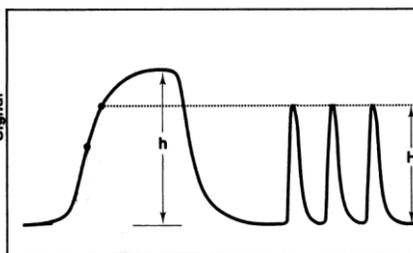
68

68

Exercícios



1. Como as características da análise por injeção em fluxo podem ser exploradas na "Química Analítica de Processos"?
2. Quais são as principais semelhanças e diferenças entre análise por injeção em fluxo contínuo e análise em fluxo segmentado?
3. Considere um experimento feito em um sistema FIA de linha simples com injeção de um corante em uma solução transportadora inerte. O pico largo da esquerda (altura h) foi obtido injetando-se um volume de 800 μL do corante (considerado aqui um "volume infinito"). Nesse caso, no máximo do do pico a cela de fluxo esteve por alguns momentos preenchida com solução "quase pura" do corante. Nos três picos da direita (altura H) o volume injetado foi 200 μL . Admitindo que a resposta do detector é linear, calcule o coeficiente de dispersão da zona de amostra referente aos três picos da direita. Classifique como dispersão reduzida, média ou elevada.



69

69

Exercícios



4. Fe(II) e Fe(III) formam rapidamente complexos com estequiometria 1:3 com o-fenantrolina, mas apenas os complexos de Fe(II) são coloridos ($\lambda_{\text{max}} = 512 \text{ nm}$). Os complexos são formados em pH entre 4 e 5. Deseja-se desenvolver um método de análise por injeção em fluxo para **especificação de Fe(II) e Fe(III)** em amostras de águas naturais. Sabendo-se que o laboratório dispõe de reagentes tais como ácido acético, acetato de sódio, cloridrato de hidroxilamina ou ácido ascórbico, proponha um diagrama do sistema FIA e um procedimento de análise para efetuar a determinação desejada. Discuta o efeito dos volumes de amostra injetado e da vazão sobre o sinal analítico e frequência de amostragem.

70

70

Próxima aula



- ▶ Introdução às separações - Preparo de amostra

71

71