

UMA VÁLVULA INTRODUTORA DE AMOSTRA PARA ANÁLISE POR INJEÇÃO EM FLUXO

Matthieu Tubino e Flávio G. Barros

Instituto de Química, Unicamp (Cx. Postal 6154 – 13081 – Campinas – SP)

Recebido em 03/10/89; cópia revisada em 13/09/90

INTRODUÇÃO

Em análises por injeção em fluxo, a válvula introdutora de amostra é uma peça fundamental para o bom desempenho do método utilizado. Existem vários modelos construídos em materiais diversos, principalmente nylon e acrílico. O Teflon¹ tem sido pouco utilizado, embora válvulas que utilizam, parcialmente, este material já tenham sido descritas².

Para que haja uma boa vedação entre a parte móvel da válvula e as fixas, costuma-se usar camadas finas de borracha macia, por exemplo, de polibutadieno.

Devido a problemas específicos que se nos apresentaram no desenvolvimento de um método analítico de injeção em fluxo, onde se usava solução oxidante, de dicromato-ácido sulfúrico, tornou-se necessário eliminar as borrachas de vedação. Em função disto escolhemos o Teflon como material resistente ao reagente utilizado, para construir uma válvula introdutora de amostra, dispensando as borrachas de vedação.

Nesta nota técnica, descrevemos uma válvula para introdução de amostra em sistemas de análise por injeção em fluxo, construída em Teflon grafitado.

Embora o seu desenho fundamental não seja de fato novidade, já que injetores semelhantes são utilizados há muito tempo (desde 1978) no CENA de Piracicaba³, alguns detalhes de construção, associados ao uso do Teflon como material principal e ao desempenho apresentado, tornam interessante a sua divulgação.

Para efeito de clareza na exposição das partes que constituem novidade, descrevemos o todo.

DESCRIÇÃO

A válvula, como pode ser vista na figura 1, apresenta duas linhas de comutação podendo, portanto, ser utilizada numa grande variedade de sistema.

Duas peças em Teflon grafitado, de 1,0 cm de espessura, que formam o apoio, estão parafusadas sobre uma placa de alumínio de 1,0 x 6,0 x 10,5 cm.

Dois furos, na parte inferior, permitem a introdução de dois pinos metálicos que orientam a posição das peças de apoio. Estes pinos servem, também, como delimitadores de curso da parte móvel (rotor).

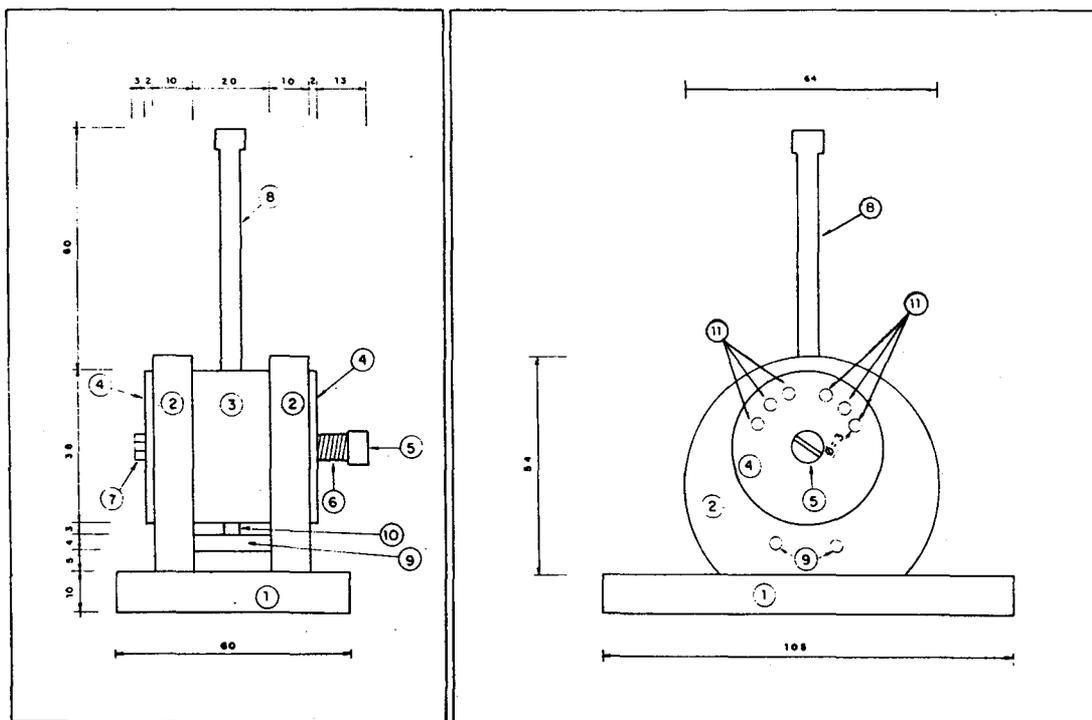


Figura 1. Desenho, em escala, da válvula introdutora de amostra:

1 – base da válvula; 2 – peças de apoio; 3 – parte móvel (rotor); 4 – anéis metálicos; 5 – parafuso; 6 – mola; 7 – porca de fixação; 8 – haste metálica (manopla); 9 – pinos de delimitação do percurso do rotor e de orientação para a montagem da válvula; 10 – haste metálica delimitadora de percurso do rotor; 11 – furos nos anéis metálicos, para a passagem dos tubos de polietileno (os anéis mostrados possuem um furo a mais que o necessário para esta válvula).

Mais acima há um furo onde é introduzido um parafuso que, além de funcionar como eixo de rotação, serve, também, para fixar e ajustar o rotor às peças de apoio.

Bem ao alto estão os furos para as conexões e a passagem dos fluidos.

O rotor consiste de um cilindro de 2,0 cm de espessura por 4,0 cm de diâmetro, com um furo central onde passa o eixo de rotação. Furos menores, adequadamente posicionados, servem, uns, para a conexão da alça de amostragem (loop) e outros para a passagem de solução reagente e/ou carregadora.

Para a movimentação do rotor há uma haste metálica (manopla) de 6 cm de comprimento, parafusada no mesmo.

Uma outra haste inferior, delimita o percurso do rotor dentro dos limites permitidos pelos dois pinos acima citados.

Na figura 2 pode ser visto o desenho esquemático do sistema de furos para a passagem das soluções. Na válvula construída há dois conjuntos destes canais, havendo espaço para um maior número.

Para uma melhor vedação do sistema, usaram-se dois anéis metálicos que transmitem a pressão da mola presa ao parafuso central, a uma área maior das peças de apoio que, deste modo, se ajustam melhor ao rotor. O uso destes anéis reduziu a graxa necessária para a vedação perfeita do sistema, a uma quantidade extremamente pequena. Acreditamos que uma usinagem mais fina possa até dispensar o uso da mesma.

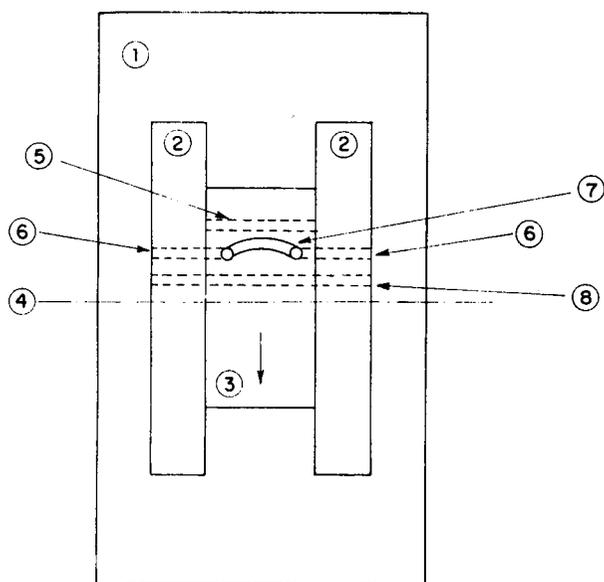


Figura 2. Desenho esquemático da válvula introduidora de amostra, mostrando o sistema de furos para a passagem dos fluidos: 1 - base da válvula; 2 - peças de apoio da válvula; 3 - rotor; a seta indica o movimento de rotação para a amostragem; 4 - eixo de rotação do rotor; 5 - furo no rotor que se posiciona no lugar da alça de amostragem, após a rotação para a introdução de amostra no sistema de análise; 6 - furos por onde passa a solução do analito; 7 - alça de amostragem; 8 - furos por onde passa a solução carregadora.

A conexão dos tubos de polietileno, condutores das soluções, é feita diretamente no corpo da válvula. Os furos, cujos diâmetros são de 1,8 mm, permitem um encaixe perfeito

dos tubos de 2,0 mm de diâmetro externo. Tubos de dimensões maiores ou menores são conectados utilizando pequenos pedaços do de diâmetro adequado.

Nas figuras 1 a 4 podem-se ver em detalhes as dimensões e o formato da válvula introduidora de amostra e das peças que a compõem.

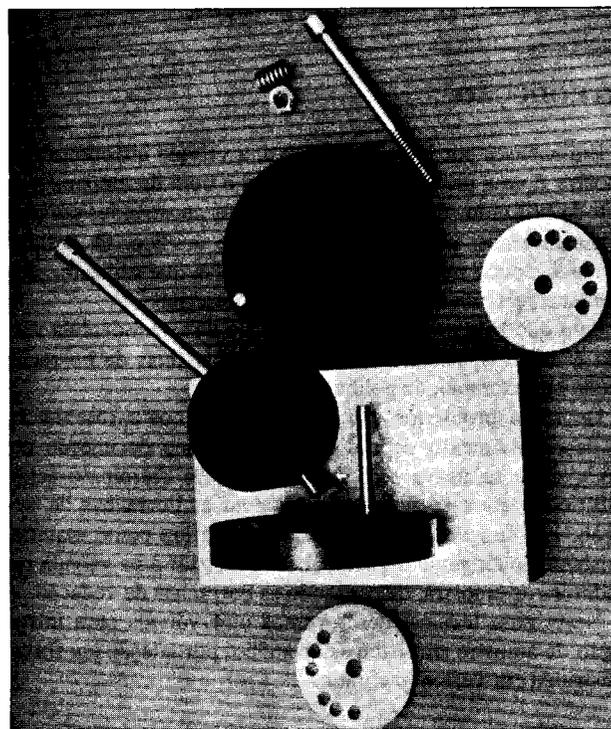


Figura 3. Fotografia da válvula introduidora de amostra desmontada.

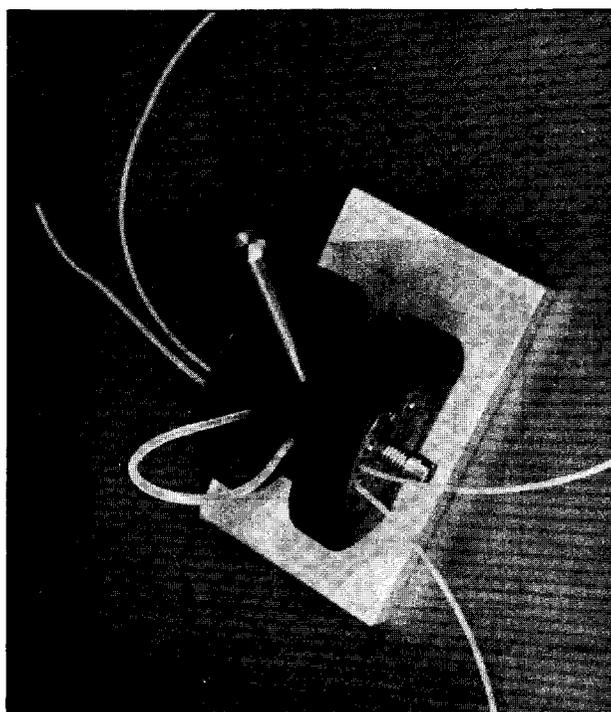


Figura 4. Vista geral da válvula introduidora de amostra montada.

CONSIDERAÇÕES GERAIS

A necessidade de construir uma nova válvula introdutora de amostra, para sistema de análise por injeção em fluxo, surgiu com o uso de um reagente oxidante muito vigoroso, ou seja, solução saturada de dicromato de potássio com ácido sulfúrico 6M, a qual ataca rapidamente a borracha de polibutadieno, comumente usada para vedação em válvula de uso corrente. Também, em outros casos, em válvulas feitas de acrílico, o uso de solventes orgânicos mostrou-se problemático, já que o material plástico é atacado por vários produtos, entre eles o etanol.

A nova válvula mostrou-se muito adequada para uso com solventes orgânicos, soluções oxidantes, soluções ácidas, soluções alcalinas, etc. Recentemente foi testada com solução

concentrada de hidróxido de sódio tendo apresentado excelentes resultados.

A manutenção é extremamente simples. É necessária uma rápida limpeza periódica, em função do uso, para a substituição da camada de graxa. No nosso caso usamos uma graxa a base de lanolina, mas outras podem ser escolhidas em função do sistema químico em estudo.

REFERÊNCIAS

1. Teflon é marca registrada da Du Pont.
2. Ruzicka, J.; Hansen, E.H., "Flow Injection Analysis", John Wiley & Sons, 2nd Edition, 1988, pg. 259.
3. Bergamin, F. H.; Reis, B.F.; Jacintho, A.O.; Zagatto, E.A.G.; *Anal. Chim. Acta.* (1980), **117**, 81.