

## MÓDULO AUTOMÁTICO DE AMOSTRAGEM MONOSSEGMENTADA

Ivo M. Raimundo Jr. e Celio Pasquini  
Instituto de Química - UNICAMP  
CP 6154 - CEP 13081 - Campinas (SP)

**Automatic Module for Monosegmented Sampling:** An automatic module for monosegmented sampling, made with four three-way microvalves (12 V, 80 mA) is described. The module allows the introduction of the sample between two air bubbles in the monosegmented system, with a precision better than 1 %.

### Introdução

A análise em fluxo contínuo monosegmentado (Monosegmented Continuous Flow Analysis - MCFA) foi primeiramente descrita por Pasquini e de Oliveira em 1985<sup>(1)</sup>. Esta técnica proporciona as vantagens apresentadas pela análise em fluxo contínuo não segmentado (baixo custo, baixo consumo de reagentes e amostra, alta velocidade de determinação), permitindo ainda o uso de reações lentas, sem perda significativa de sensibilidade quando comparada com os métodos manuais.

Na MCFA, a amostra é introduzida no sistema entre duas bolhas de ar através de um injetor proporcional acionado manualmente ou por solenóides de alta potência, o que dificulta a construção de um analisador monosegmentado automático.

Neste trabalho foi desenvolvido um módulo automático de amostragem monosegmentada, composto por microválvulas solenóides de 3 vias. As microválvulas eliminam o uso inconveniente dos solenóides de alta potência, permitindo que o amostrador seja facilmente controlado por microcomputador.

### Descrição do Módulo

O módulo foi construído com 4 microválvulas solenóides de 3 vias (NResearch, 12 V, 80 mA), dispostas como mostrado na figura 1.

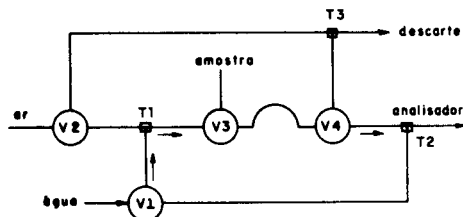


Figura 1. Diagrama do módulo de amostragem automática (V, válvulas; T, conector tipo T).

Quando todas as válvulas estão desligadas, a água (ou fluido carregador inerte) passa através de V1 - T1 - V3 - V4 - T2, isto é, o módulo está na posição de introdução do monosegmento. O ciclo completo de amostragem e introdução do monosegmento pode ser realizado através das seguintes operações:

1. as válvulas V1, V2 e V4 são acionadas, colocando ar entre V2 e T3.
2. as válvulas são desligadas, colocando ar entre V4 e T2 (primeira bolha).
3. repete-se (1), colocando ar entre T1 e V3 (segunda bolha).
4. todas as válvulas são acionadas para amostragem (amostra introduzida entre V3 e V4).
5. todas as válvulas são desligadas para injeção.

A figura 2 mostra o diagrama de tempo dos sinais necessários para um ciclo completo de amostragem e introdução do monosegmento.

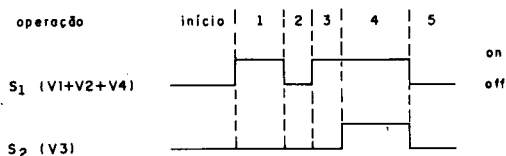


Figura 2. Diagrama de tempo dos sinais de controle (S1 e S2) de um ciclo completo de amostragem (on/off corresponde a níveis lógicos padrão TTL).

### Avaliação do Módulo

O desempenho do módulo de amostragem automática foi avaliado através da injeção de 200 µl de padrões de permanganato de potássio (50, 100 e 200 µM), segmentados por bolhas de aproximadamente 30 µl. Utilizou-se água como fluido carregador, uma bobina de polietileno de 3 m de comprimento e 2 mm de diâmetro interno. O ciclo completo de amostragem e introdução do monosegmento foi de 40s. O tempo de residência da amostra foi de 170 s e a vazão do fluido carregador de 4,1 ml/min. A detecção foi feita espectrofotometricamente a 560 nm, utilizando-se um fotômetro a LED/LDR<sup>(2)</sup>. O controle do módulo foi feito com um microcomputador PC-XT, através de uma interface de comunicação paralela assíncrona<sup>(3)</sup> e as microválvulas acionadas por chaves-transistor.

Nestas condições, foi obtido um desvio padrão relativo menor que 1 % para a injeção de 20 replicatas da solução 50 µM de permanganato de potássio.

### Discussão

O amostrador construído é bastante simples e pode ser facilmente controlado por microcomputador. A sua principal vantagem é com relação ao custo, pois é composto por apenas quatro microválvulas. Por utilizar solenóides de baixa potência, o módulo permite o uso de fontes convencionais, introduzindo menos ruído na linha durante a sua operação.

Embora o ciclo completo de amostragem tenha sido feito através de cinco operações, estas podem ser reduzidas a apenas quatro. Se o caminho entre T1 e V3 for pelo menos o dobro de V4 e T2, a operação 2 pode colocar ar entre V4 e T2, mantendo ar entre T1 e V3, eliminando a operação 3.

Outro ponto a ser destacado é que as válvulas V1, V2 e V4 são sempre acionadas simultaneamente e, portanto, apenas dois sinais são necessários para controle do amostrador, como mostrado na figura 2.

Finalmente, será desenvolvido um circuito eletrônico para controle do módulo, utilizando-se o CI 555. Desta forma, o microcomputador ficará livre para executar outras instruções necessárias para o funcionamento do analisador monosegmentado automático.

Os autores agradecem ao Conselho Nacional de Pesquisa e Desenvolvimento (CNPq) pelo suporte financeiro (processo no. 403250/90-0).

### Referências

1. Pasquini, C. and de Oliveira, W.A., Anal. Chem. (1985), 57, 2575.
2. Pasquini, C. e Raimundo Jr., I.M., Quim. Nova (1984), 7, 24.
3. Malcome-Lawes, D.J., Lab. Micro. (1987), 5, 16.