

MONOSEGMENTED SYSTEMS FOR CONTINUOUS FLOW ANALYSIS

The Monosegmented Continuous Flow Analysis (MCF) is an automation technique in which the sample is introduced in the flow manifold between two air bubbles. The system is capable to reach a performance similar to Flow Injection Analysis in terms of sample throughput, reagent and sample consume. However, as dispersion is restricted by the air bubbles, long incubation time is also possible. Therefore, the system is capable to support slow chemical reaction, if necessary to the determination. After almost 6 years of its introduction, the MCF is reviewed, evaluated and the work yet to be done is discussed.

INTRODUÇÃO

A técnica de Análise em Fluxo Contínuo Monosegmentada (AFCM) foi introduzida em 1985[1]. O sistema utiliza a mesma instrumentação empregada na Análise por Injeção em Fluxo (AIF) para introduzir a amostra em uma bobina de incubação, entre duas bolhas de ar. Sob o ponto de vista instrumental, pode-se considerar que a AFCM é uma técnica híbrida entre a Análise Multisegmentada introduzida por Skeggs[2] e a AIF introduzida por Ruzicka e Hansen[3]. As diferenças entre as estruturas da zona de amostra nas três técnicas de análise em fluxo contínuo podem ser visualizadas por observação da figura 1.

Com relação à técnica multisegmentada, a AFCM apresenta as vantagens da simplicidade de equipamento aliada ao baixo consumo de reagentes e amostra e uma alta taxa de determinação (> 100 amostras/hora). Quando comparada com a AIF, a AFCM apresenta a vantagem de permitir longos tempos de residência da amostra (até 10 min) o que possibilita que a metodologia

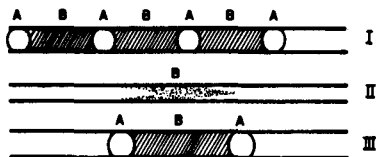


Figura 1. Estrutura da zona da amostra para as diferentes técnicas de automação em fluxo contínuo. I, multisegmentada; II, análise por injeção em fluxo e III, monosegmentada. A, bolha de ar; B, zona da amostra.

alcançe níveis de sensibilidade similares aos dos procedimentos convencionais, mesmo quando reações químicas lentas são empregadas na determinação[1,4]. Recursos adicionais, como aumento de temperatura da bobina de incubação, armazenamento da zona de amostra[5] ou parada do fluxo, empregadas na técnica AIF para aumentar o tempo de residência com o mesmo objetivo de ganho de sensibilidade, não são necessários à técnica de AFCM, o que a torna mais simples de ser implementada.

Desde a sua introdução, a AFCM tem sido empregada em determinações espectrofotométricas de P[1], NH₃[1], B[4], Cr(VI)[1] e Mo[6]. O sistema de fluxo tem sido o mesmo inicialmente proposto[1] com a amostra recebendo os reagentes antes de ser introduzida como monosegmento. A retirada das bolhas, anterior a detecção, pode ser feita por permeação em membrana de teflon [1,4] ou por reamostragem da parte central do monosegmento[7]. Esta última técnica, além de maior confiabilidade, proporciona uma melhor otimização do sistema, permitindo que a bobina de incubação seja dimensionada de forma independente do tempo de limpeza da amostra.

Recentemente, dos Reis e colaboradores[8] propuseram um sistema alternativo de segmentação no qual somente uma bolha é introduzida na parte posterior da zona da amostra. O sistema foi empregado na determinação de metais por absorção atômica. Nogueira e colaboradores[9] propuseram a remoção da cela de

detecção do caminho analítico como forma segura de evitar a presença da bolha de ar na etapa de detecção. Tian e colaboradores[10] descreveram um sistema monosegmentado que possibilita a determinação de NH₃, aminoácidos total, e de Cu(II) e V(V) por espectrofotometria catalítica.

AVALIAÇÃO DOS SISTEMAS MONOSEGMENTADOS DE ANÁLISE EM FLUXO CONTÍNUO.

Embora os sistemas AFCM possam, em tese, ser aplicados a qualquer metodologia de determinação que envolva a simples adição de reagentes como etapa de pré-tratamento, um ganho real em relação a AIF somente é possível quando as reações envolvidas são lentas. Por outro lado, a AFCM não permite (por coibir a dispersão) o uso de gradientes de concentração ou de pré-tratamentos envolvendo extração por solventes. Sua aplicação atual requer a adição dos reagentes antes da introdução do monosegmento. Portanto, metodologias que requerem reações sequenciais não são ainda possíveis de ser implementadas mas poderão vir a ser em um futuro próximo.

Como o equipamento empregado em ambas as técnicas (AIF e AFCM) é o mesmo, o usuário pode optar pela utilização de uma ou outra de acordo com as características da metodologia e da sensibilidade necessária à determinação. Se uma sensibilidade próxima a que se obtém pela metodologia manual é requerida e a reação química envolvida sugere um tempo de incubação maior que 60 s, então a técnica monosegmentada seguramente apresentará vantagens sobre a AIF.

EVOLUÇÃO DA TÉCNICA MONOSEGMENTADA

Historicamente, a introdução de uma nova técnica direciona inicialmente os esforços para a sua aplicação, de forma empírica, na solução de problemas que demonstrem o seu potencial. Isto ocorreu com a AIF e ainda está ocorrendo com a AFCM. Seguindo a mesma tendência histórica, a AFCM necessita, agora, ser avaliada de forma sistemática para que se possa estabelecer todos os parâmetros que afetam sua performance e possibilitar que o analisador possa ser dimensionado de forma menos empírica.

A dispersão, apresentada pelo sistema de AFCM, embora pequena, deve ser compreendida e os parâmetros que a afetam devem ser quantificados.

Com respeito a metodologias, é importante que novos procedimentos sejam desenvolvidos para que a técnica ganhe aceitação junto aos usuários. Nesta área, a possibilidade de acoplamento da AFCM com a AIF é ainda uma possibilidade a ser explorada.

Na área da instrumentação, os esforços estão sendo dirigidos para a automação completa do sistema monosegmentado [11] e para a avaliação do sistema de detecção sem retirada das bolhas de ar.

REFERÊNCIAS

1. Pasquini, C. and de Oliveira, W.A., *Anal. Chem.*, (1985), 57, 2575.
2. Skeggs Jr., L.T., *Am. J. Clin. Path.*, (1957), 28, 311.
3. Ruzicka, J. and Hansen, E.H., *Anal. Chim. Acta*, (1975), 78, 145.
4. de Andrade, J.C., Ferreira, M., Baccan, N. and Bataglia, O.C., *Analyst*, (1988), 113, 289.
5. Krug, F.J., dos Reis, B.F., Giné, M.F. and Zagatto, E.A.G., *Anal. Chim. Acta*, (1983), 151, 39.
6. Andrade, J.C., Eiras, S. and Bruns, R.E., *Anal. Chim. Acta*, *in press*.
7. Pasquini, C., *Anal. Chem.*, (1986), 58, 2348.
8. Reis, B.F., Arruda, M.A.Z., Zagatto, E.A.G. and Ferreira, J.R., *Anal. Chim. Acta*, (1988), 206, 253.
9. Nogueira, A.R.A., Brienza, S.M. e Zagatto, E.A.G., *Livro de Resumos - VI ENQA - Araraquara*, (1991), 126.
10. Tian, L.C., Sun, X.P., Xu, Y.Y. and Zhi, Z.L., *Anal. Chim. Acta*, (1990), 228, 183.
11. Raimundo Jr., I.M. e Pasquini, C., *Livro de Resumos - VI ENQA - Araraquara*, (1991), 151.