UMA CÉLULA ESPECTROFOTOMÉTRICA SIMPLES PARA SISTEMAS DE ANÁLISE QUÍMICA EM FLUXO CONTÍNUO

Mário C. U. de Araújo, Ricardo S. Honorato, Arnaud V. dos Santos e Edvan C. da Silva Departamento de Química - CCEN - Universidade Federal da Paraíba - 58059-900 - João Pessoa - PB

Recebido em 28/3/95; aceito em 4/7/95

A SIMPLE SPECTROPHOTOMETRIC CELL FOR CHEMICAL ANALYSIS IN CONTINUOUS FLOW SYSTEMS. A simple flow cell for photometric detection in continuos flow analysis or flow injection analysis systems is described. Details about its construction are also presented in this work.

Keywords: flow cell; photometric detection; continuos flow analysis.

Diferentes modelos de células de fluxo para detecção fotométrica em sistemas de análise em fluxo contínuo ou sistemas de análise por injeção em fluxo têm sido apresentados na literatura¹⁻⁵. A célula de fluxo fotométrica é um dispositivo onde a espécie analítica de interesse é monitorada. Ela é colocada entre uma fonte de radiação UV-visível monocromática e um sensor fotoelétrico. A célula possui, entre a fonte de radiação e o transdutor, janelas que podem ser de vidro ou acrílico, quando a radiação incidente é visível, ou de quartzo, quando a radiação é ultravioleta.

Alguns tipos de células de fluxo têm sido comercializadas⁶. Entretanto essas células são normalmente muito caras, sendo que seus preços variam de 100 a 200 dólares⁶.

Células de fluxo baratas têm sido descritas por Pasquini e Raimundo Jr.⁴ e Reis⁵. Todavia estas células apresentam um problema sério em sistemas de análise em fluxo contínuo ou em sistemas de análise por injeção em fluxo, que é a possibilidade de retenção de bolhas de ar no caminho do feixe óptico, e este problema afeta drasticamente as medidas analíticas. Neste trabalho, é descrita uma célula de fluxo fotométrica muito simples e barata, construída em nosso laboratório, que permite superar este problema e que pode ser adaptada facilmente a qualquer tipo de espectrofotômetro.

DESCRIÇÃO DA CELULA DE FLUXO

A célula de fluxo para detecção fotométrica desenvolvida em nosso laboratório é mostrada na figura 1. Ela foi construída montando-se um tubo de vidro dentro de um bloco retangular de madeira com as seguintes dimensões: 1,0 x 1,0 x 3,3 cm. Estas dimensões foram assim definidas de forma a permitir que o bloco da célula se encaixasse no suporte de cubeta usualmente presente nos espectrofotômetros (suporte para cubetas com caminho óptico de 1,0 cm). Para permitir a passagem do feixe óptico, foi feita uma abertura retangular no bloco de madeira com dimensões 2 x 5 mm. Assim, o feixe de luz passa pela abertura retangular, atravessa perpendicularmente o tubo de vidro e vai em direção ao sensor fotoelétrico. O tubo de vidro apresenta um comprimento de 4,5 cm e um diâmetro interno de 2 mm. A utilização desta célula de fluxo foi planejada de modo que o fluxo entre sempre pela parte inferior, saindo pela parte superior. Desta maneira, elimina-se a possibilidade de retenção de bolhas de ar no caminho da luz, uma vez que o próprio fluxo se encarrega de arrastá-las. Além disso, a menor densidade da bolha, em relação ao fluido, favorece o processo de sua liberação.

Um exemplar deste protótipo vem sendo utilizado, desde 1990, em diversos trabalhos desenvolvidos no Laboratório de Automação em Química Analítica/Quimiometria - Departamento de Química/CCEN/UFPB. Esta célula de fluxo tem apresentado bom desempenho em todos os trabalhos em que tem sido utilizada. A título de ilustração do seu desempenho, é mostrado na figura 2 um conjunto de picos obtidos com a sua aplicação. Pode-se verificar que as medidas apresentam boa reprodutibilidade.

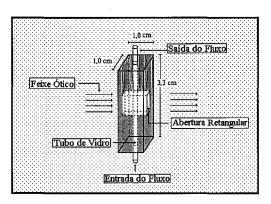


Figura 1. Célula de fluxo espectrofotométrica.

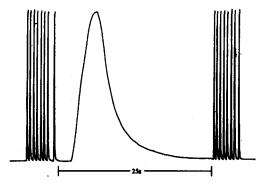


Figura 2. Conjunto de picos traçados para demonstrar o desempenho da célula de fluxo. Os sinais analíticos foram obtidos injetando-se (várias vezes) uma solução de KMnO4 0,004 M num sistema de linha única, com uma vazão de bombeamento de 6,5ml/min, um loop de 300 µl e um tubo entre o injetor e a cela de fluxo com 0,8 mm de diâmetro e 12 cm de comprimento. A detecção fotométrica foi realizada a 525nm e o pico do centro foi obtido aumentando-se a velocidade do registrador potenciométrico.

Apesar desta célula poder ser facilmente construída em qualquer laboratório de Química Analítica que trabalhe com a técnica de análise em fluxo contínuo ou a técnica de análise por injeção em fluxo, ela apresenta um volume morto¹⁻³ relativamente grande que prejudica a velocidade analítica, como pode ser visto na figura 2, através do tempo de passagem da zona da amostra. Entretanto, este volume morto pode ser facilmente diminuído se na sua construção for utilizado um tubo que apresente um menor diâmetro e/ou comprimento. Todavia, a redução do diâmetro diminuiria ainda mais a sensibilidade desta célula, que, devido à sua geometria já é, de certa forma, relativamente baixa. Assim, métodos analíticos em fluxo onde a sensibilidade é crítica recomendam-se outros desenhos de célula analítica¹⁻⁵ que permitam se obter um caminho óptico maior sem ter que aumentar significativamente o volume morto.

REFERÊNCIAS

- Furman, W. B. e Walker, W. H. C. "Continuous Flow Analysis - Theory and Pratice" - Editora Marcel Dekker Inc., New York, 334pp, 1974.
- Ruzicka, J. e Hansen, E. H. "Flow Injection Analysis", Editora John Wiley & Sons, Nova York, EUA, 477pp, 1987.
- Valcarcel, M.C. e Luque de Castro, M. D. "Analisis por Inyeccion en Flujo", Editora Imprenta San Pablo, Cordoba, Espanha, 450pp, 1984.
- 4. Pasquini, C. e Raimundo Jr., I. M.; Quím. Nova 1984, 7, 24.
- 5. Reis, B. F.; Quím. Nova 1994, 17, 228.
- 6. Catálogo Thomas Scientific Apparatus, 1980.