

# Novas Tendências na Automatização das Técnicas de Geração de Hidretos e Vapor Frio em EAA



Fátima M. B. Silva, Ildikó V. Tóth, António O. S. S. Rangel

Escola Superior de Biotecnologia, Universidade Católica Portuguesa  
Rua Dr. António Bernardino de Almeida, 4200-072 Porto

## Introdução

Desde a introdução do conceito de análise por injeção em fluxo [1] diferentes dispositivos foram desenvolvidos para introdução de amostras/reagentes no fluxo do transportador:

- Seringas hipodérmicas
- Comutadores
- Válvulas de injeção
- Válvulas de selecção
- Válvulas solenoides
- Bombas Solenoides

Neste trabalho desenvolveu-se um sistema de fluxo baseado no uso de válvulas solenoides para a determinação de mercúrio e selénio com detecção por EAA-VF e EAA-GH respectivamente. As válvulas são controladas individualmente, de modo que a quantidade de qualquer solução introduzida no sistema é determinada pelo tempo de actuação das válvulas [2].

Este sistema foi comparado com um sistema de injeção em fluxo comercial (FIAS 100, Perkin Elmer) em termos de ritmo de amostragem, consumo de reagentes, produção de efluentes, sensibilidade, limite de detecção e limite de quantificação.

## Características do sistema

Tabela 1- Parâmetros analíticos do sistema FIAS 100 e do sistema de fluxo multicomutado desenvolvido para o mercúrio e selénio.

	Hg		Se <sup>b</sup>	
	FIAS 100	Sistema fluxo multicomutado	FIAS 100	Sistema fluxo multicomutado
Calibração				
Zona linear, ppb	0 - 20	0 - 20	0 - 20	0 - 20
ord. origem	0.014 ( $\pm 0.014$ ) <sup>a</sup>	0.002 ( $\pm 0.018$ ) <sup>a</sup>	0.012 ( $\pm 0.010$ )	0.047 ( $\pm 0.021$ )
declive, ppb <sup>-1</sup>	0.056 ( $\pm 0.003$ ) <sup>a</sup>	0.068 ( $\pm 0.005$ ) <sup>a</sup>	0.050 ( $\pm 0.001$ )	0.067 ( $\pm 0.003$ )
correlação	0.9998	0.9995	0.999	0.997
LD, ppb	0.15	0.24	0.17	0.19
LQ, ppb	0.41	0.65	0.56	0.62
C.V., %	1.7 (8.1 ppb)	2.7 (8.1 ppb)	-	-
	4.7 (1.6 ppb)	5.8 (1.6 ppb)	-	-
RA, h <sup>-1</sup>	90	60	90	60
Consumo de reagente				
HCl, mL/ensaio	0.25	0.11	0.83	0.55
NaBH <sub>4</sub> , mg/ensaio	0.9	1.0	9	1.0
NaHO, mg/ensaio	0.23	0.25	2.25	0.25
Volume efluente mL/ensaio	13.3	4.7	13.3	6.5

LD, limite de detecção; LQ, limite de quantificação; C.V., desvio padrão relativo (n = 10); RA, ritmo de amostragem.

<sup>a</sup> Média e desvio padrão dos valores obtidos em sete dias (n = 7).

<sup>b</sup> Resultados preliminares.

## Sistema desenvolvido

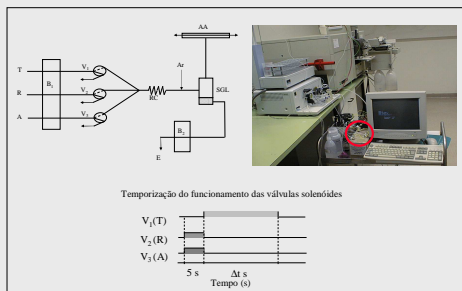


Fig. 1 - Montagem do sistema de fluxo multicomutado para a determinação de mercúrio e selénio:

T, solução transportadora HCl 3% (v/v) para o Hg e HCl 10% (v/v) para o selénio;

R, solução redutora NaBH<sub>4</sub> 0,2% (m/v) em NaHO 0,05% (m/v);

A, amostras ou soluções padrão;

B<sub>1</sub> e B<sub>2</sub>, bombas peristálticas;

V<sub>1</sub> - V<sub>3</sub>, válvulas solenoides;

RC, reactor L (Hg)=30 cm e L (Se)=100 cm;

Ar, argon 70 mL.min<sup>-1</sup> (Hg) e 100 mL.min<sup>-1</sup> (Se);

SGL, separador gás-liquido;

AA, espectrofotómetro de absorção atómica;

E, esgoto;

At, tempo de lavagem t (Hg) = 20s e t (Se) = 30s.

## Resultados e discussão

• O sistema de fluxo multicomutado desenvolvido apresenta características semelhantes ao sistema de análise por injeção em fluxo.

• Facilidade de variação dos volumes injectados.

• Redução no consumo de reagentes e na produção de efluente.

## Referências

- [1] J. Ruzicka, E.H. Hansen, Anal. Chim. Acta, 78 (1975) 145.
- [2] Reis *et al.*, Anal. Chim. Acta, 293 (1994) 129-138.
- [3] F.M. Bauzá de Mirabó *et al.*, Anal. Chim. Acta, 355 (1997) 203-210.
- [4] H. B. Ma *et al.*, Talanta, 49 (1999) 125-133.
- [5] W. E. Doering *et al.*, Fresenius J. Anal. Chem., 368 (2000) 475-479.
- [6] O. Elsholz *et al.*, Fresenius J. Anal. Chem., 366 (2000) 196-199.

Tabela 2 - Características dos sistemas de fluxo aplicados às técnicas de vapor frio e geração de hidretos na determinação de mercúrio e selénio, respectivamente.

	Hg						Se		
	Mirabó <i>et al.</i> , 1997 [3]	Ma <i>et al.</i> , 1999 [4]	Doering <i>et al.</i> , 2000 [5]	Elsholz <i>et al.</i> , 2000 [6]	Reis <i>et al.</i> , 2003 [7]	Anthemidis <i>et al.</i> , 2004 [8]	Gámiz-García <i>et al.</i> , 1999 [9]	Galligani <i>et al.</i> , 2000 [10]	Semenova <i>et al.</i> , 2003 [11]
Técnica	SIA	SIA	SIA	SIA/FIA	MC/FIA	SIA	FIA	FIA	MS/FIA
Deteção	AA-VF	AA-VF	AA-VF	AA-VF	AF-VF	AA-VF	AF-GH	AA-GH	AF-GH
Matriz	peixe, sedimentos marinhos	água do mar	peixe, água	água	água	água, urina, metilóides	água, sumo laranja	água, plantas marinhas	suplementos nutricionais, slurry
Gamma de aplicação, ppb	2-50	0-20	1-20	0,02-1,0	0-1,5	0,05-5,0	0,3-1300	1-30	0,1-3,5
CV, %	0,95	2	0,9	<10	0,09	2,6	<4,6	1,8	4,67
LD, ppb	0,34	0,1	0,46	0,014	0,0013	0,02	0,4	0,30	0,01
RA, h <sup>-1</sup>	30	90	45	27	49,5	25	50	50	84
V <sub>max</sub> , mL	0,80	0,40	0,30	0,50	1,67	20	-	0,66	0,70

AA-VF, absorção atómica por vapor frio; AA-GH, absorção atómica por geração de hidretos; AF-VF, fluorescência atómica por geração de hidretos.

- [7] B. F. Reis *et al.*, Talanta, 60 (2003) 809-819
- [8] A. N. Anthemidis *et al.*, Talanta, 64 (2004) 1053-1057.
- [9] L. Gámiz-García *et al.*, Talanta, 50 (1999) 875-880.
- [10] M. Galligani *et al.*, Talanta, 52 (2000) 1015-1024.
- [11] N. V. Semenova *et al.*, Anal. Chim. Acta, 486 (2003) 217-225.

## Agradecimentos

I.V. Tóth agradece à FCT a bolsa SFRH/BPD/563/2001.