

**ANÁLISES QUÍMICAS POR SISTEMAS
DE INJEÇÃO EM FLUXO**



SECRETARIA DA
EDUCAÇÃO

BAHIA
GOVERNO DO ESTADO

UNIVERSIDADE ESTADUAL DO SUDOESTE DA BAHIA

Reitor

Prof. Dr. Paulo Roberto Pinto Santos

Vice-Reitor

Prof. Dr. Fábio Félix Ferreira

Pró-Reitora de Extensão e Assuntos Comunitários

Profª Me. Maria Madalena Souza dos Anjos Neta

Diretora da Edições UESB

Manuella Lopes Cajaíba

Editor

Jacinto Braz David Filho

COMITÊ EDITORIAL

Profª Drª Almiralva Ferraz Gomes (DCSA/VC)

Prof. Dr. Antonio Jorge Del Rei Moura (DTRA/Itapetinga)

Prof. Dr. Cláudio Lúcio Fernandes Amaral (DCB/Jequié)

Adm. Jacinto Braz David Filho (Edições UESB/VC)

Prof. Dr. Jorge Augusto Alves da Silva (DELL/VC)

Prof. Me. Jorge Luiz Santos Fernandes (DCSA/VC)

Prof. Me. Josenildo de Sousa Alves (DS 1/Jequié)

Prof. Dr. José Rubens Mascarenhas de Almeida (DH/VC)

Manuella Lopes Cajaíba (Edições UESB/VC)

Prof. Dr. Marcos Antonio Pinto Ribeiro (DQE/Jequié)

Profª Me. Maria Madalena Souza dos Anjos Neta (PROEX/VC)

PRODUÇÃO EDITORIAL

Capa e Editoração Eletrônica

Ana Cristina Novais Menezes
(DRT-BA 1613)

Ilustração da Capa

Adaptação de imagens obtidas no site: <http://www.gettyimages.com.br/>

Revisão de linguagem

Laysla Portela da Fé
Raeltom Santos Munizo
Robson Ferraz Vargues

egba

Impressão e acabamento: Empresa Gráfica da Bahia

Rua Mello Moraes Filho, nº 189, Fazenda Grande do Retiro – Salvador - Bahia. CEP: 40352-000

Telefones: (71) 3116-2837/2838/2820 – Fax: (71) 3116-2902 – E-mail: encomendas@egba.ba.gov.br

Tipologia: Garamond 11/15/papel Offset Imune 90g/m²

Em abril de 2017

Valfredo Azevedo Lemos
Marcos de Almeida Bezerra

ANÁLISES QUÍMICAS POR SISTEMAS DE INJEÇÃO EM FLUXO



EDIÇÕES UESB

Vitória da Conquista
2017

Copyright © 2017 by Autores.

Todos os direitos desta edição são reservados a Edições UESB.
A reprodução não autorizada desta publicação, no todo ou em parte,
constitui violação de direitos autorais (Lei 9.610/98).

-
- L579a Lemos, Valfredo Azevedo.
Análises químicos por sistemas de injeção em fluxo / Valfredo Azevedo Lemos,
Marcos de Almeida Bezerra. - - Vitória da Conquista: Edições UESB, 2017.
216p.
ISBN 978-85-7985-114-8
1. Análise Química. 2. Análise em fluxo - Injeção. 3. Separação de amostra.
I. Lemos, Valfredo Azevedo. II. Bezerra, Marcos de Almeida. III. Universidade
Estadual do Sudoeste da Bahia. III. T.

CDD: 543.2

Catálogo na fonte: Biblioteca Universitária Professor Antonio de Moura Pereira
UESB – Campus de Vitória da Conquista-BA



Campus Universitário – Caixa Postal 95 – Fone/fax: 77 3424-8716
Estrada do Bem-Querer, s/n – Módulo da Biblioteca, 1º andar
45031-900 – Vitória da Conquista-BA
www2.uesb.br/editora - editoraesb@yahoo.com.br

SUMÁRIO

Apresentação	11
Capítulo 1 – Sistemas para análise por injeção em fluxo.....	13
1.1 Introdução.....	13
1.2 Características da análise por injeção em fluxo.....	17
1.3 Exemplos ilustrativos de sistemas para análise por injeção em fluxo.....	19
1.3.1 Exemplo 1: Determinação de cloreto por espectrofotometria.....	19
1.3.2. Exemplo 2: Medidas de pH em linha.....	21
1.3.3. Exemplo 3: Determinação de metais por FAAS.....	22
1.4. Configurações de sistemas de análise por injeção em fluxo.....	23
1.5. FIA normal e reversa.....	24
1.6. FIA com múltiplas injeções.....	25
Capítulo 2 – Componentes de um sistema para análise em fluxo.....	27
2.1. Introdução.....	27
2.2. Dispositivo de propulsão.....	27
2.3. Dispositivo de comutação de fluxo ou de inserção de amostras.....	31
2.3.1. Válvulas rotatórias.....	32
2.3.2. Válvulas com alças para desvio de fluxo (bypass).....	32
2.3.4. Comutadores/Injetores proporcionais.....	33
2.4. Elementos para transporte, conexão, mistura e reação.....	34

2.4.1. Tubos condutores.....	35
2.4.2. Conectores.....	35
2.4.3. Reatores.....	36
2.5. Detectores.....	36
2.5.1. Detectores espectrométricos.....	37
2.5.1.1. Espectrofotômetros.....	37
2.5.1.2. Espectrômetros de Absorção Atômica.....	41
2.5.1.3. Espectrômetros com plasma indutivamente acoplado (ICP).....	44
2.5.2. Detectores eletroquímicos.....	45
2.5.3. Detectores de quimioluminescência e bioluminescência.....	46
2.5.4. Detectores fluorimétricos.....	47

Capítulo 3 – Dispersão em sistemas de fluxo contínuo.....49

3.1. Introdução.....	49
3.2. Coeficiente de dispersão.....	53
3.3. Fatores que afetam a altura de pico.....	55
3.3.1. Volume injetado da amostra.....	55
3.3.2. Comprimento do tubo.....	56
3.3.3. Diâmetro do tubo.....	57
3.3.4. Velocidade do Fluxo.....	59
3.3.5. Geometria do tubo.....	59

Capítulo 4 – Automação de sistemas de análise por injeção em fluxo.....61

4.1 Introdução.....	61
4.2 Automação de etapas da análise química em fluxo.....	62
4.3 Amostradores automáticos.....	64
4.4 Válvulas solenóides.....	65
4.5 Sistemas de propulsão.....	67
4.5.1 Bombas peristálticas programáveis.....	67
4.5.2 Microbombas solenóides.....	68
4.5.3 Microbombas pizoelétricas.....	69
4.6 Controle do detector.....	69
4.7 Sistemas para aquisição, armazenamento e tratamento de dados.....	70

4.8 Multicomutação em sistemas de análise em fluxo.....	70
4.9 Multi-impulsão em sistemas de análise em fluxo.....	74

Capítulo 5 – Pré-tratamento de amostras em linha.....77

5.1 Introdução.....	77
5.2 Características dos métodos para separação e pré-concentração em linha.....	78
5.3 Desempenho de um sistema de pré-concentração em linha.....	79
5.3.1 Fator de enriquecimento (FE).....	79
5.3.2 Fator de aumento (N).....	80
5.3.3 Eficiência de concentração (EC).....	81
5.3.4 Índice de consumo (IC).....	82
5.3.5 Fator de transferência de fase (P).....	82
5.3.6 Eficiência de sensibilidade.....	84
5.4 Métodos de introdução de amostra em sistemas de pré-concentração em linha.....	84
5.5 Outros sistemas de pré-tratamento de amostras em linha.....	86

Capítulo 6 – Separação e pré-concentração em linha.....91 por extração líquido-líquido

6.1 Introdução.....	91
6.2 Constituintes de um sistema para ELL em linha.....	93
6.2.1 Segmentadores de fase.....	94
6.2.2 Bobina de extração.....	95
6.2.3 Separadores de fase.....	95
6.3 Dispersão em sistemas para ELL em linha.....	98
6.4 Sistemas para extrações múltiplas.....	99
6.4.1 Sistemas com alças cruzadas para extrações múltiplas.....	100
6.5 Sistemas para retro-extrações.....	101
6.6 Sistemas sem separação de fases.....	102
6.7 Sistemas sem segmentação e separação de fases.....	103
6.8 Acoplamento de sistemas para ELL em linha às técnicas analíticas.....	103
6.8.1 Espectrofotometria.....	103
6.8.2 Espectrometria de absorção atômica com chama.....	104

6.8.3 Espectrometria de absorção atômica com forno de grafite.....	104
6.8.4 Espectrometrias usando fontes de plasma.....	105
6.8.5 Técnicas cromatográficas.....	105

Capítulo 7 – Separação e pré-concentração em linha usando extração no ponto nuvem.....107

7.1 Introdução.....	107
7.2 Extração no ponto nuvem em linha.....	109
7.3 Aplicações analíticas da Extração no Ponto Nuvem em linha.....	111

Capítulo 8 – Separação e pré-concentração em linha usando extração em fase sólida.....115

8.1 Introdução.....	115
8.2 Um exemplo de extração em fase sólida em linha.....	116
8.3 Fases sólidas usadas como recheios de colunas para sistemas em linha	117
8.3.1 Tipos de recheios.....	118
8.4 Dispersão em sistemas de pré-concentração em linha usando colunas para extração em fase sólida.....	122
8.4.1 Dispersão durante o carregamento da amostra.....	122
8.4.2 Dispersão durante a adsorção e eluição do analito na coluna.....	123
8.4.3 Dispersão no transporte do eluato e nas reações pós-colunas.....	124
8.5 Considerações práticas para extração em fase sólida em linha.....	125
8.5.1 Construção de colunas.....	125
8.5.2 Vazões de carregamento da coluna.....	127
8.5.3 Lavagem da coluna e equilíbrio.....	129
8.5.4 Eluição.....	131
8.5.4.1 Requerimentos do eluente.....	131
8.5.4.2 Vazão de eluição.....	133
8.6. Configurações de sistemas em linha usando extração em fase sólida.....	134
8.6.1. Separação de interferentes em linha.....	134
8.6.2. Sistemas de extração em fase sólida em linha acoplados às técnicas analíticas.....	136

8.6.2.1. Técnicas de espectrometria molecular.....	136
8.6.2.2. Técnicas de espectrometria atômica.....	139
8.6.2.3. Técnicas eletroquímicas.....	143
8.6.2.4. Técnicas cromatográficas.....	143
Capítulo 9 – Separação e pré-concentração em linha por precipitação.....	147
9.1. Introdução.....	147
9.2. Componentes de um sistema que realiza precipitação em linha.....	149
9.2.1. Filtros de aço inoxidável.....	151
9.2.2. Filtros de membrana descartável.....	151
9.2.3. Filtros de leito empacotado.....	152
9.2.4. Reatores enovelados.....	152
9.3. Algumas considerações práticas sobre a precipitação/dissolução em linha.....	153
9.4. Sistemas em fluxo não triviais que se baseiam na formação de precipitado em linha.....	156
9.4.1. Sistemas com filtração em linha sem a dissolução do recipitado.....	156
9.4.2. Sistemas sem filtros com a dissolução do precipitado.....	157
9.4.3. Sistema sem filtros e sem dissolução do precipitado.....	158
Capítulo 10 – Geração de vapor em linha para determinação espectrométrica.....	159
10.1. Introdução.....	159
10.2. Separadores gás-líquido para sistemas com base em geração de vapores atômicos.....	162
10.3. Sistemas em linha para geração de hidretos.....	162
10.4. Sistemas em linha para geração de vapor frio.....	166
Capítulo 11 – Análises de especiação em linha.....	167
11.1. Introdução.....	167
11.2. Considerações gerais sobre a realização de análise de especiação usando FIA.....	168

11.3. Especificação de metais com diferentes estados de oxidação.....	171
11.4. Especificação de compostos organometálicos.....	173

Capítulo 12 – Métodos analíticos verdes com base em sistemas de injeção em fluxo.....175

12.1. Introdução.....	175
12.2. Estratégias para desenvolvimento de sistemas verdes de análise em fluxo.....	177
12.3. Substituição de reagentes tóxicos.....	178
12.4. Reciclagem e reutilização de reagentes.....	179
12.5. Tratamento em linha do resíduo descartado.....	181
12.6. Configurações de sistemas em fluxo que evitam o desperdício de reagentes.....	183
12.7. Uso de detectores verdes.....	184
12.8. Automação.....	186
12.9. Miniaturização.....	187
12.10. Uso de reagentes imobilizados em fases sólidas.....	188

Referências.....189