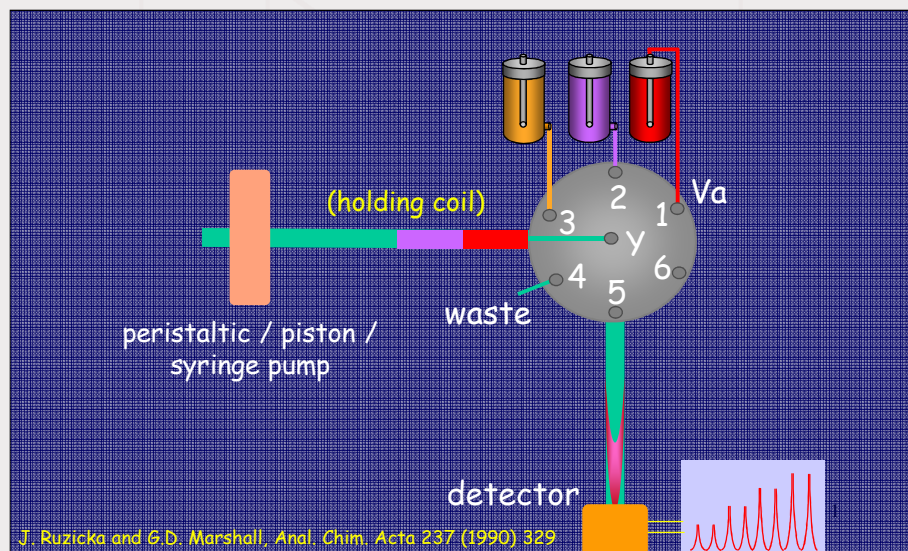


## Análise por Injeção Sequencial (SIA)

Ruzicka & Marshall (1990)



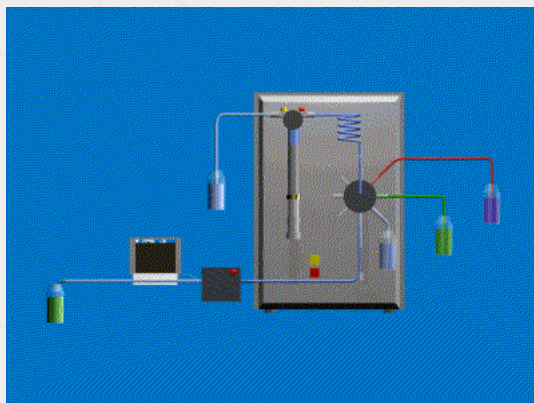
## Análise por Injeção Sequencial (SIA)

Ruzicka & Marshall (1990)

- determinação em 2 etapas (aspiração e bombeamento)
- necessário controle por computador
- configuração "única" com válvula multiposição
- minimização no consumo de reagentes
- frequência de amostragem menor que FIA
- reatores de PE ou PTFE ( $\Phi = 0,5 - 0,8$  mm)
- menor sensibilidade que FIA

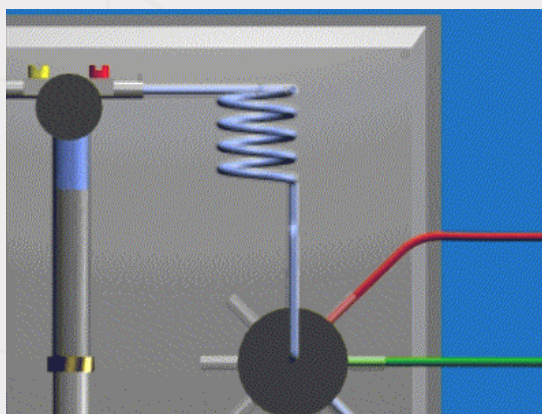
## Análise por Injeção Sequencial (SIA)

Ruzicka & Marshall (1990)



3

## Análise por Injeção Sequencial (SIA)



4

## Análise por Injeção Sequencial (SIA)

- válvulas com 6 a 10 posições
- mistura em linha única, sem a confluência de reagentes
  - sobreposição das zonas de amostra e reagentes
- geometria e dimensões do sistema definidas:

$$P = \frac{2 \cdot W_0}{(W_A + W_R)}$$

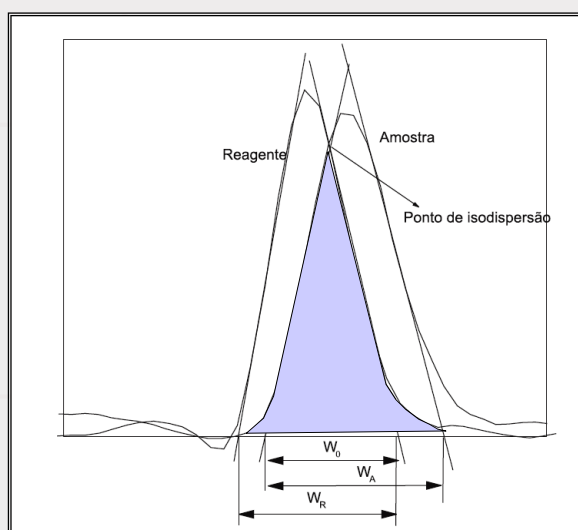
P = grau de sobreposição

W = largura de pico na base

P = 1: sobreposição total

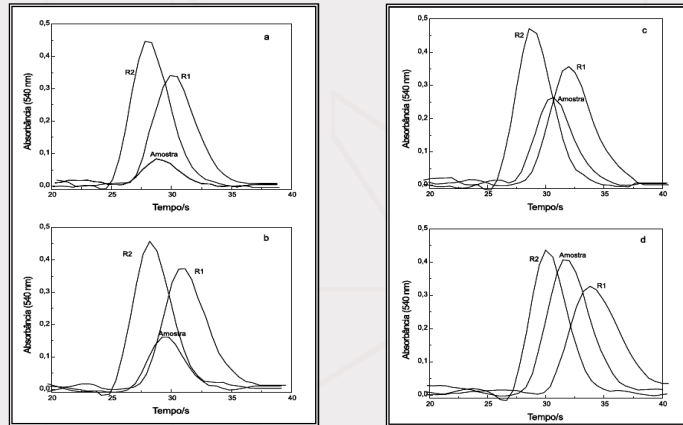
P = 0: sobreposição nula

## Análise por Injeção Sequencial (SIA)



## Análise por Injeção Sequencial (SIA)

• amostra + 2 reagentes



$V_a = (a) 25, (b) 50, (c) 100 \text{ e } (d) 200 \mu\text{L}.$

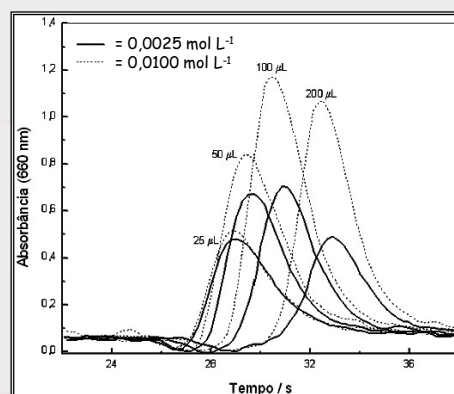
$P(R1-R2) = (a) 0,73; (b) 0,61; (c) 0,57 \text{ e } (d) 0,49$

$D = (a) 6,58; (b) 3,41; (c) 2,12 \text{ e } (d) 1,34$

J.C. Masini, Quim. Nova 31 (2008) 704

7

## Análise por Injeção Sequencial (SIA)



$V_a = 25, 50, 100 \text{ e } 200 \mu\text{L} (10 \text{ mg L}^{-1} \text{ fosfato})$

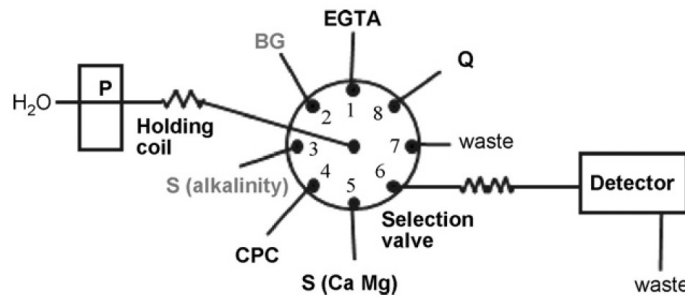
$R1 = \text{molibdato de amônio } (0,0025 \text{ e } 0,0100 \text{ mol L}^{-1}, 200 \mu\text{L})$

$R2 = \text{ácido ascórbico } (2,5 \%, 200 \mu\text{L})$

J.C. Masini, Quim. Nova 31 (2008) 704

8

## Análise por Injeção Sequencial (SIA)



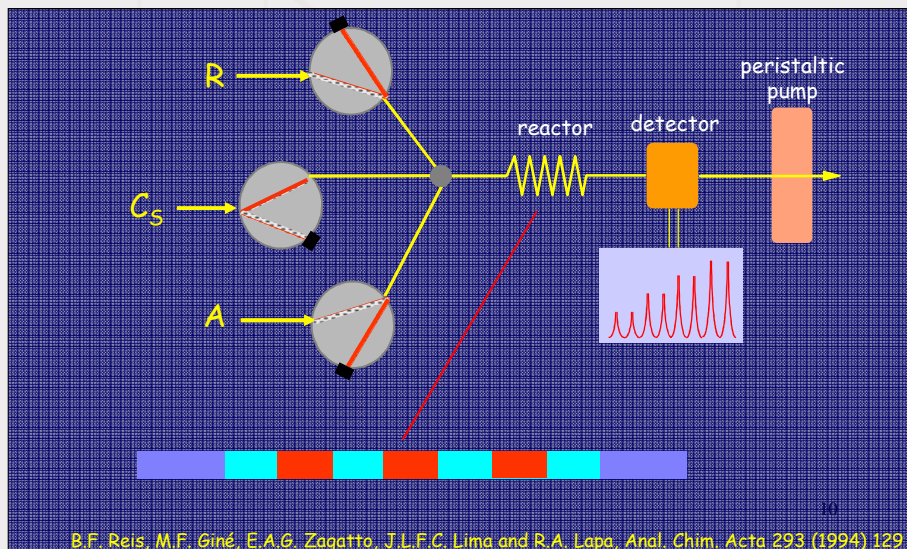
**Fig. 2.** Schematic representation of a SIA manifold for the multiparametric determination of calcium, magnesium and alkalinity in natural waters (adapted from [78]); P – peristaltic pump, BG – bromocresol green reagent for alkalinity determination, Q – hydroxyquinoline as masking agent for magnesium in calcium determination, EGTA – masking agent for calcium in magnesium determination, CPC – cresolphthalein complexone colour reagent for calcium and magnesium determination, S (alkalinity)/S (Ca, Mg) – sample for alkalinity or calcium and magnesium determination, respectively.

Mesquita e Rangel, *Anal. Chim. Acta* 648 (2009) 7-22

9

## FIA com multicomutação (MCFIA)

Reis & colab. (1994)



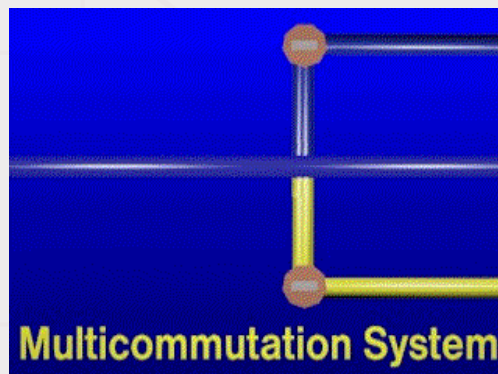
B.F. Reis, M.F. Ciné, E.A.G. Zagatto, J.L.F.C. Lima and R.A. Lapa, *Anal. Chim. Acta* 293 (1994) 129

## FIA com multicomutação (MCFIA)

- amostragem por aspiração ou bombeamento
- necessário controle por computador
- minimização no consumo de reagentes
- frequência de amostragem similar a FIA
- reatores de PE ou PTFE ( $\Phi = 0,5 - 0,8$  mm)
- sensibilidade similar a FIA

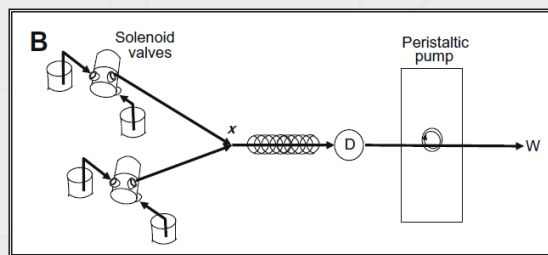
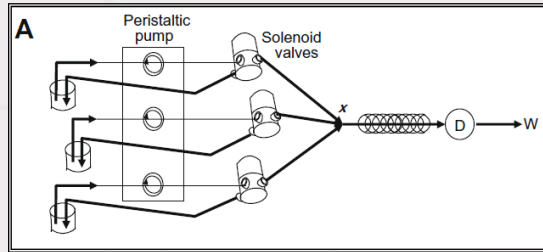
11

## FIA com multicomutação (MCFIA)



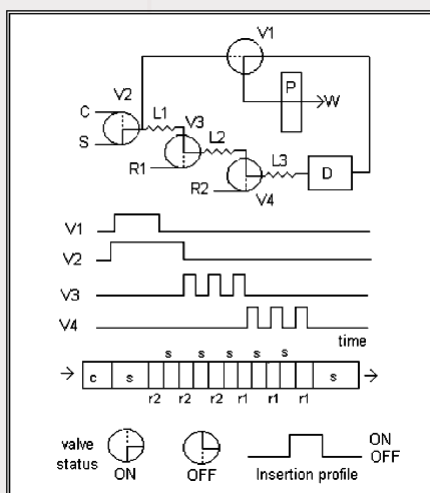
12

## FIA com multicomutação (MCFIA)

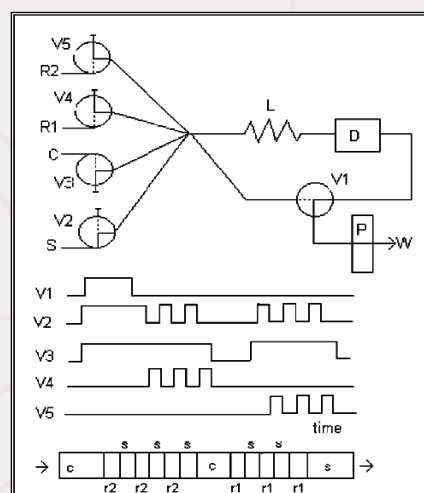


13

## FIA com multicomutação (MCFIA)



serial



paralelo

14

## FIA com multicomutação (MCFIA)

diluição

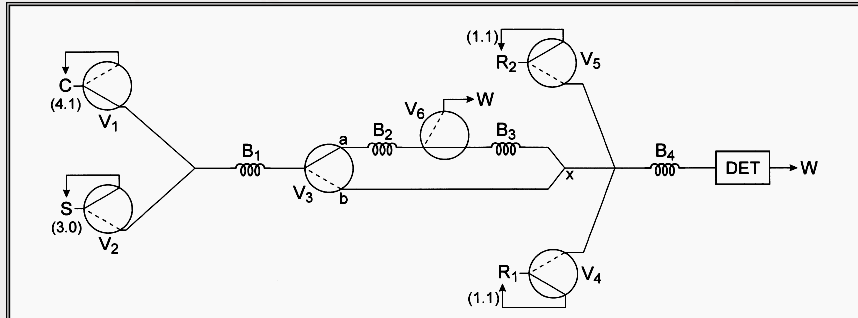


Table 1  
Sample processing conditions. The splitting time ( $t_s$ ) and the re-sampling time ( $t_r$ ) are defined in the text and in Fig. 4

Condition	Sample volume ( $\mu\text{l}$ )	$t_s$ (s)	$t_r$ (s)	Linear range ( $\text{mg l}^{-1}$ )	Dispersion coefficient
a	500	—	—	0.250–2.50	2.15
b	110	—	—	1.00–10.0	6.58
c	10	10.5	5.0	10.0–100	30.7
d	10	15.5	1.0	100–500	252
e	10	19.0	1.0	250–1000	754

Rocha et al., Anal. Chim. Acta 366 (1998) 45-53

## FIA com multicomutação (MCFIA)

diluição

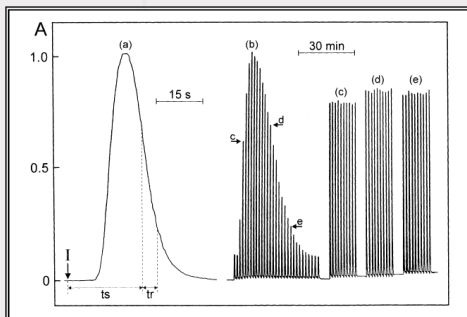


Fig. 4. Recorder outputs: (a) – transient signal and indication of the splitting time ( $t_s$ ) and the re-sampling time ( $t_r$ ).  $I$  represents the instant of sample injection. (b) – profile of the sample zone obtained by changing the splitting time from 9.0 to 23.5 s with increments of 0.5 s (re-sampling time maintained in 1 s). The arrows  $c$ ,  $d$  and  $e$  represent the splitting times values adopted in the sample processing conditions  $c$ ,  $d$  and  $e$  defined in Table 1. ( $c$ – $e$ ) – repeatability study for solutions containing 100, 500 or 1000 mg  $\text{Ca}^{2+} \text{l}^{-1}$  processed in the conditions  $c$ ,  $d$ , or  $e$  (Table 1), respectively.

Rocha et al., Anal. Chim. Acta 366 (1998) 45-53



## FIA x SIA x MCFIA

determinação de carbaril com p-aminofenol

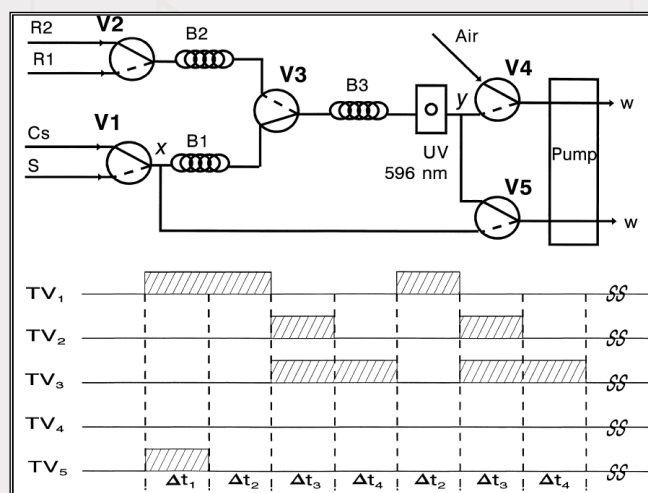
- hidrólise básica do carbaril, produzindo 1-naftol
- periodato + p-aminofenol (PAP), produzindo a forma benzoquinonaimina do PAP
- reação entre 1-naftol e PAP-bqi, produzindo azul de indofenol (absorção a 596 nm)

17

de la Guardia et al., Anal. Chim. Acta 392 (1999) 265-272

## FIA x SIA x MCFIA

determinação de carbaril com p-aminofenol

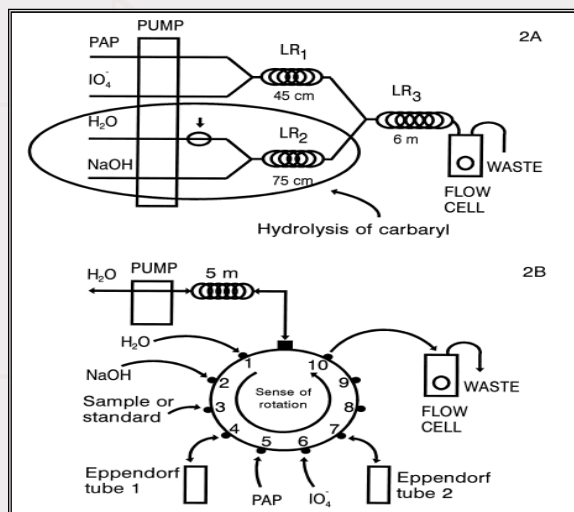


18

de la Guardia et al., Anal. Chim. Acta 392 (1999) 265-272

## FIA x SIA x MCFIA

determinação de carbaril com p-aminofenol



19

de la Guardia et al., Anal. Chim. Acta 392 (1999) 265-272

## FIA x SIA x MCFIA

determinação de carbaril com p-aminofenol

Table 3

Analytical performance of the different automated strategies proposed for the spectrophotometric determination of carbaryl with PAP

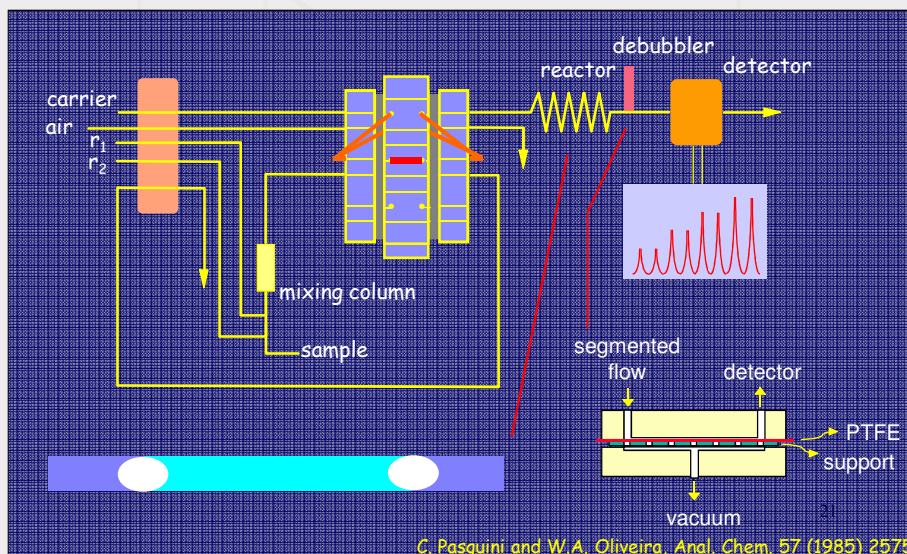
Strategy	Calibration equation <sup>a</sup>	r <sup>b</sup>	LOD <sup>c</sup> (μg l <sup>-1</sup> )	CV (%) <sup>d</sup> (n:C)	Total waste (ml h <sup>-1</sup> )	Sampling (h <sup>-1</sup> )	Consume of reagent (g/1000 determinations)		
							NaOH	KIO <sub>4</sub>	PAP
FIA	A = (0.03015 ± 0.00004) C + (0.0000 ± 0.0002)	0.9999 (6)	26	0.14 (4;4.8)	430	90	216	2.48	0.135
SIA	A = (0.014 ± 0.003) C + (0.019 ± 0.003)	0.9990 (5)	40	1-3 (3;10)	27	20	1.7	0.193	0.011
Multicommutation	A = (0.047 ± 0.002) C + (0.021 ± 0.003)	0.99998 (6)	26	0.5 (8;5.8)	120	70	2	0.092	0.005

20

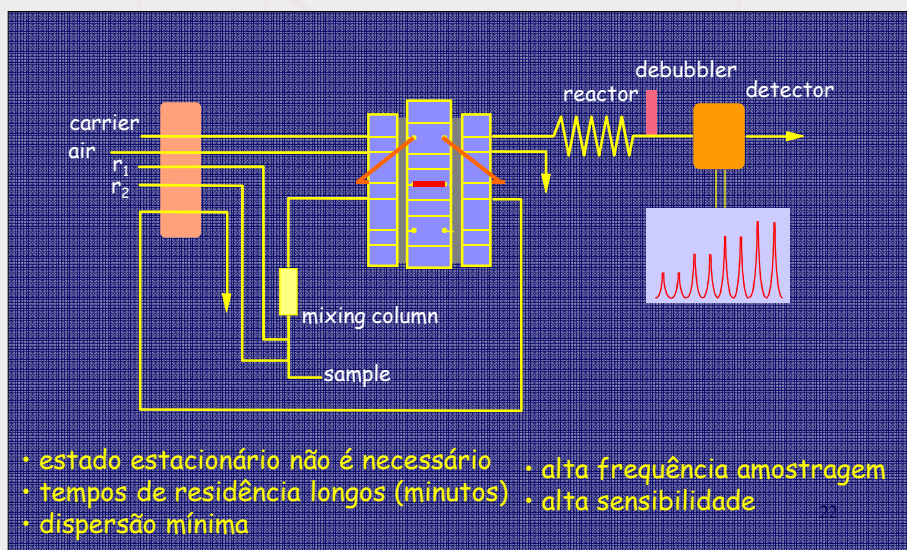
de la Guardia et al., Anal. Chim. Acta 392 (1999) 265-272

## Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA)

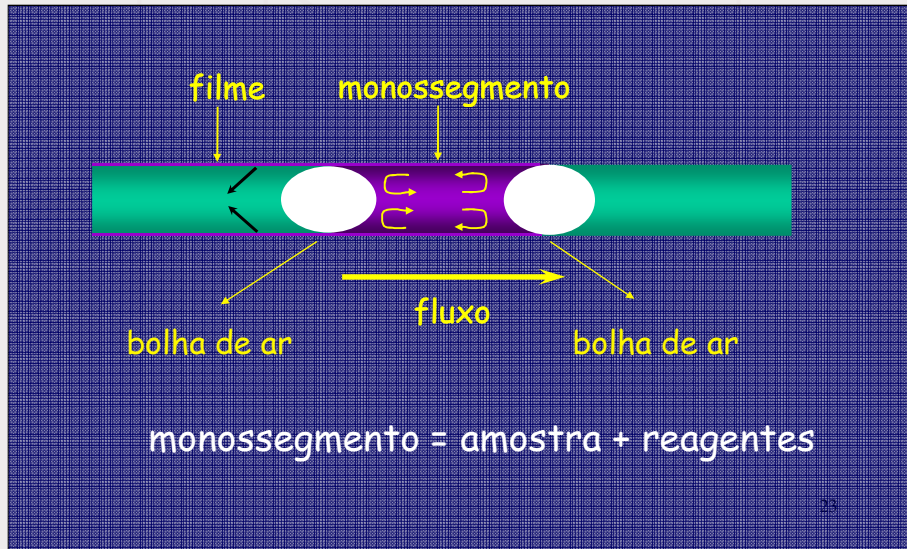
Pasquini & Oliveira (1985)



## Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA)

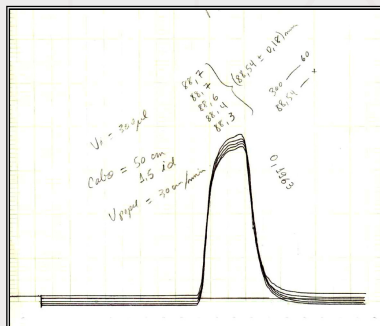


## Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA) perfil do monossegmento

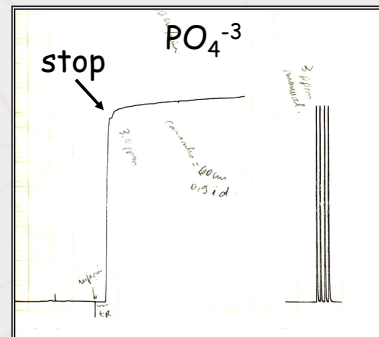


## Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA) resultados originais

tempo de residência  
longo e reprodutível  
(1 - >5 min)



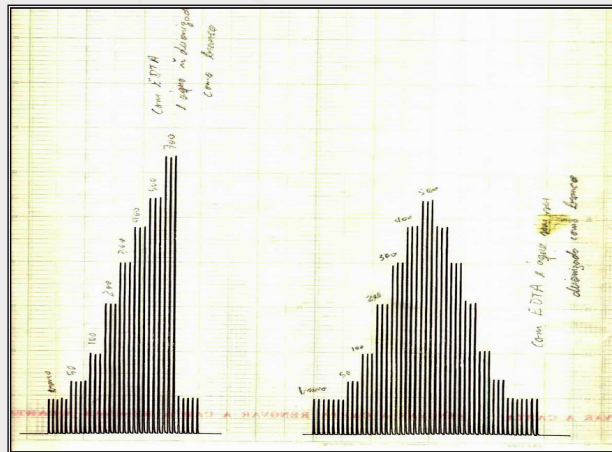
equilíbrio químico  
(90 - 100%)



## Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA)

resultados originais

### precisão e inter-contaminação



25

## Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA)

MSFA x FIA

### Determinação de Cr(VI) com DFC/ácido

características	FIA	MSFA
limite detecção ( $\mu\text{g L}^{-1}$ )	15	3.0
frequência am. ( $\text{h}^{-1}$ )	120	210
tempo residência (s)	30	30

(FIA) Andrade et al., Analyst 108 (1983) 621

(MSFA) Pasquini & Oliveira, Anal. Chem. 57 (1985) 2575

26

## Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA)

MSFA x FIA

### Determinação de $\text{NH}_3$ - Berthelot

características	FIA	MSFA
limite detecção ( $\mu\text{g L}^{-1}$ )	5.0	5.0
frequência amostra	90	120
tempo residência (s)	16 / 26	170
temperatura ( $^{\circ}\text{C}$ )	38	25

(FIA) Krug et al., Anal. Chim. Acta 151 (1983) 39.

(MSFA) Pasquini & Oliveira, Anal. Chem. 57 (1985) 2575

27

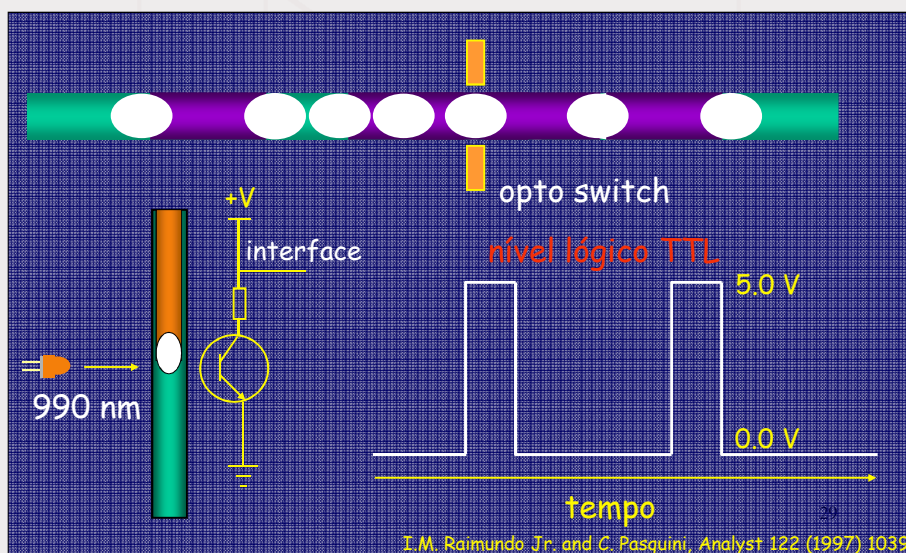
## Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA)

características adicionais

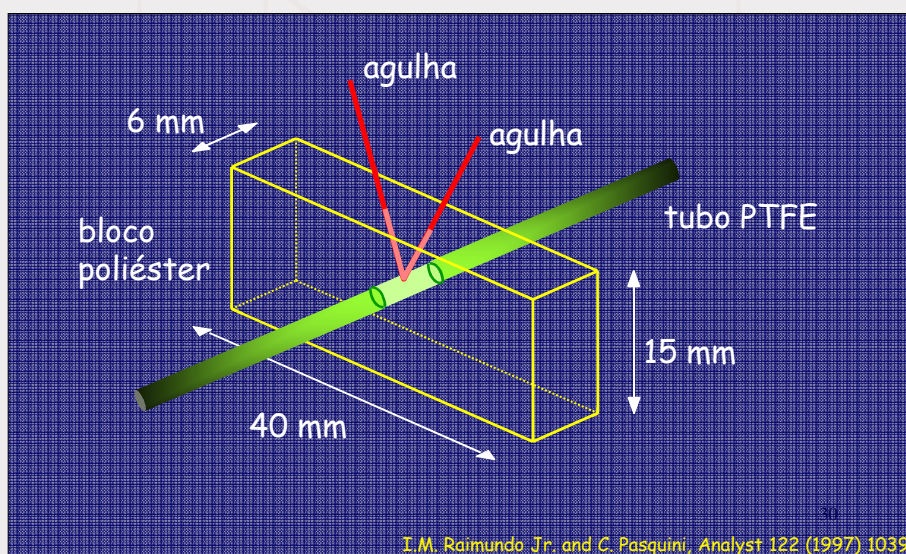
1. amostra entre duas bolhas de ar
2. homogeneização do monossegmento
3. fácil localização da amostra:
  - detecção sem remoção das bolhas
  - adição controlada de reagentes
4. ações sequenciais

"Em um sistema MSFA é sempre possível saber onde está a amostra".

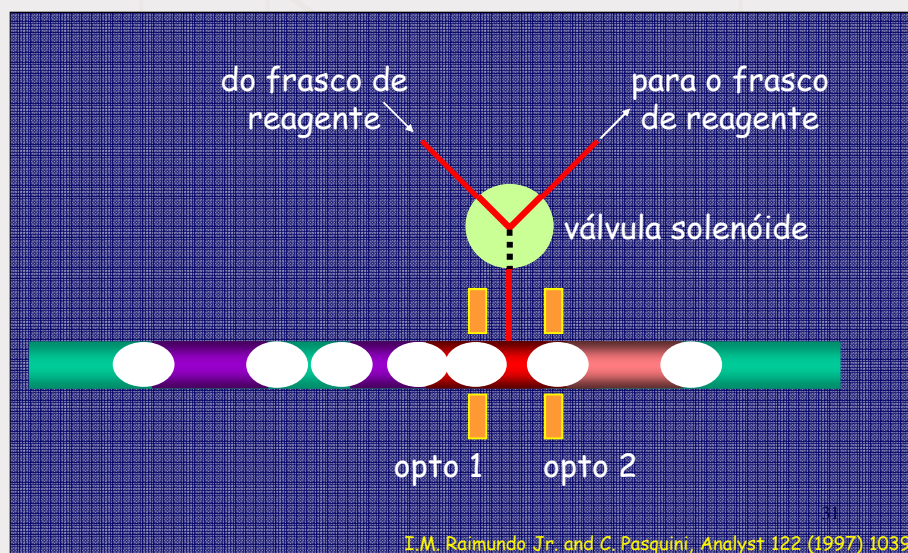
## Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA) localização do monossegmento



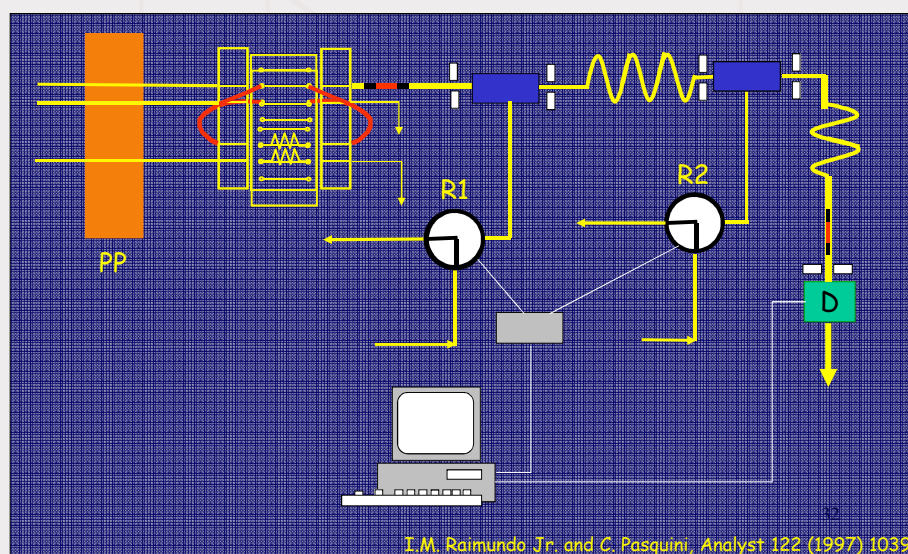
## Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA) módulo de adição de reagentes



## Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA) adição de reagentes



## Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA) analisador para glicose, creatinina e uréia





## Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA)

### características do analisador

- reações sequenciais
- estabilidade das bolhas de ar é crucial (reator não-molhável, di 1.6-2.0 mm)
- sensibilidade é pouco dependente do volume injetado

$V_{\text{amostr}}$ ( $\mu\text{L}$ )	frequência ( $\text{h}^{-1}$ )	curva analítica			$A^* \pm s$ ( $n = 10$ )
		linear	slope	r	
300	60	0.0027	0.2459	0.9996	$0.2519 \pm 0.0016$
100	60	0.0020	0.2376	0.9999	$0.2337 \pm 0.0031$
100	120	0.0029	0.2306	0.9996	$0.2341 \pm 0.0051$

\* desvio padrão de 10 replicatas de solução  $1.00 \text{ mg L}^{-1} \text{ Cr(VI)}$

33

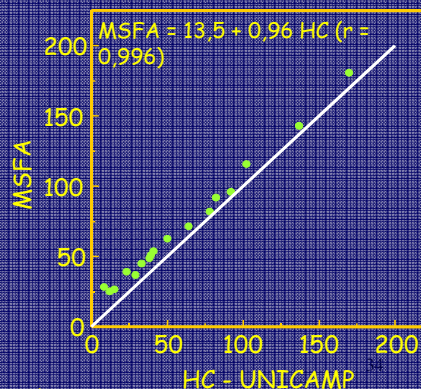
I.M. Raimundo Jr. and C. Pasquini, Analyst 122 (1997) 1039

## Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA)

### determinação de glicose em soro sanguíneo

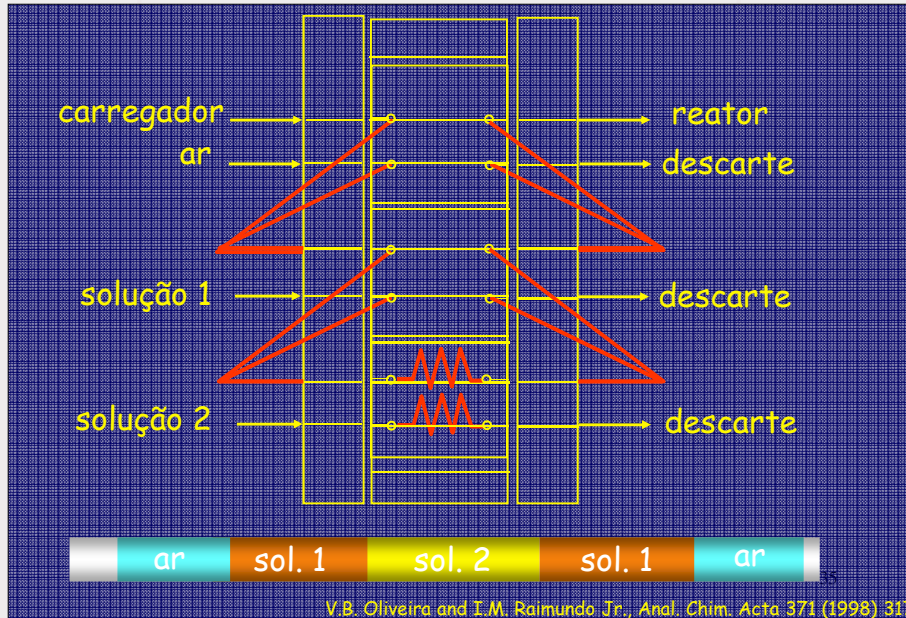
- carregador:  $0.9\% \text{ NaCl} + 0.10 \text{ mol L}^{-1}$  tampão fosfato (pH 7.2)
- R1:  $44 \text{ kU L}^{-1}$  urease (2 min)
- R2:  $1\% \text{ NaClO}$  in  $4.0 \text{ mol L}^{-1} \text{ NaOH}$   
+  $1\% \text{ nitroprussiato de sódio em fenol } 6.0\%$

- $5.0 \mu\text{L}$  soro
- $V_{\text{total}} = 225 \mu\text{L}$
- linearidade: até  $200 \text{ mg dL}^{-1}$
- valores normais: 20 - 40



I.M. Raimundo Jr. and C. Pasquini, Analyst 122 (1997) 1039

Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA)  
injeção múltipla simultânea



Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA)  
injeção múltipla simultânea

- métodos manuais podem ser adaptados diretamente
- monossegmento comporta-se como um microbalão volumétrico

Determinação de nitrito em água

- ar:  $L1 = L2 = 30 \mu\text{L}$
- amostra:  $L3 = L4 = 250 \mu\text{L}$
- reagente:  $L5 = 20 \mu\text{L}$  (SAN+NED+ $\text{H}_3\text{PO}_4$ )
- tempo de residência: 3.0 min
- frequência amostra:  $120 \text{ h}^{-1}$
- limite de detecção:  $5.0 \mu\text{g L}^{-1}$
- precisão: 2 % ( $n = 10, 60 \mu\text{g L}^{-1}$ )
- linearidade: até  $260 \mu\text{g L}^{-1}$

adaptado de  
"Standard Methods  
for the examination  
of water and  
wastewater"

36

V.B. Oliveira and I.M. Raimundo Jr., Anal. Chim. Acta 371 (1998) 317

## Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA) outras características - injeção múltipla

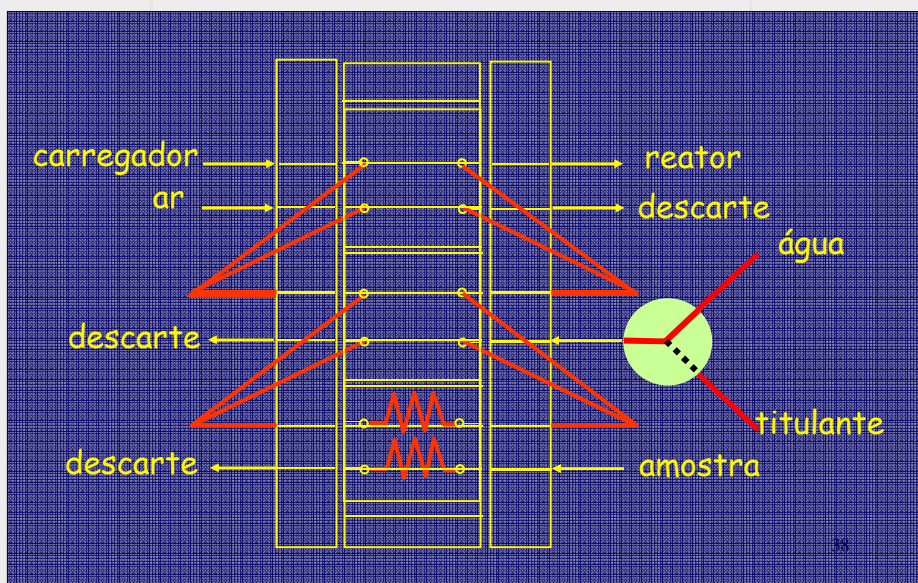
- efeito Schlieren é minimizado:
  - não há gradiente de concentração
  - não há gradiente de índice de refração

Am.	$\mu\text{g N-NO}_2 \text{ L}^{-1}$ água	$\mu\text{g N-NO}_2 \text{ L}^{-1}$ NaCl 0.6 mol L <sup>-1</sup>	desvio
1	$26.8 \pm 1.0$	$27.7 \pm 0.2$	+ 3.4
2	$69.3 \pm 0.7$	$66.7 \pm 0.5$	- 3.8

37

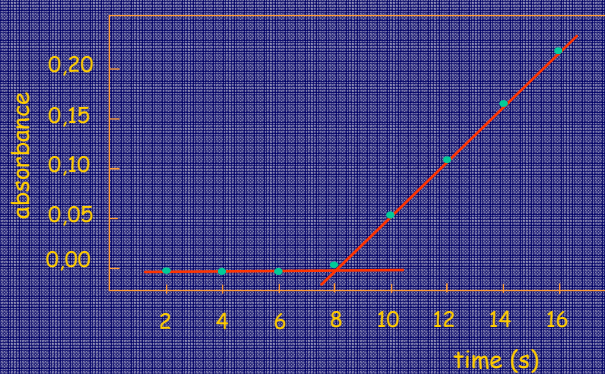
V.B. Oliveira and I.M. Raimundo Jr., Anal. Chim. Acta 371 (1998) 317

## Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA) injeção múltipla simultânea - titulação



38

Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA)  
 injeção múltipla simultânea - titulação  $\text{Fe}^{2+}$  x  $\text{KMnO}_4$



39

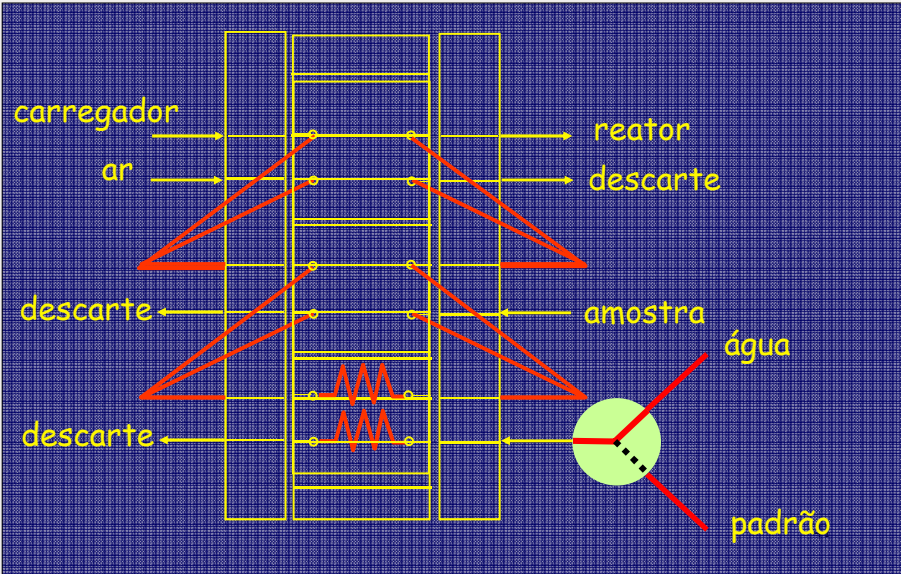
Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA)  
 injeção múltipla simultânea - titulação  $\text{Fe}^{2+}$  x  $\text{KMnO}_4$

amostra	$\text{Fe}^{2+}$ (%) MSFA	$\text{Fe}^{2+}$ (%) oficial	$\text{Fe}^{2+}$ (%) nominal
$\text{FeSO}_4$ (Bunker)	$12.62 \pm 0.97$	$12.28 \pm 0.71$	12.9
$\text{FeSO}_4$ (Fontovit)	$8.05 \pm 0.05$	$7.82 \pm 0.03$	9.4
Fer-in-Sol	$2.28 \pm 0.09$	$2.02 \pm 0,26$	2.5
$\text{FeSO}_4$ (syrup)	$1.06 \pm 0.03$	$0.93 \pm 0.02$	0.9

40

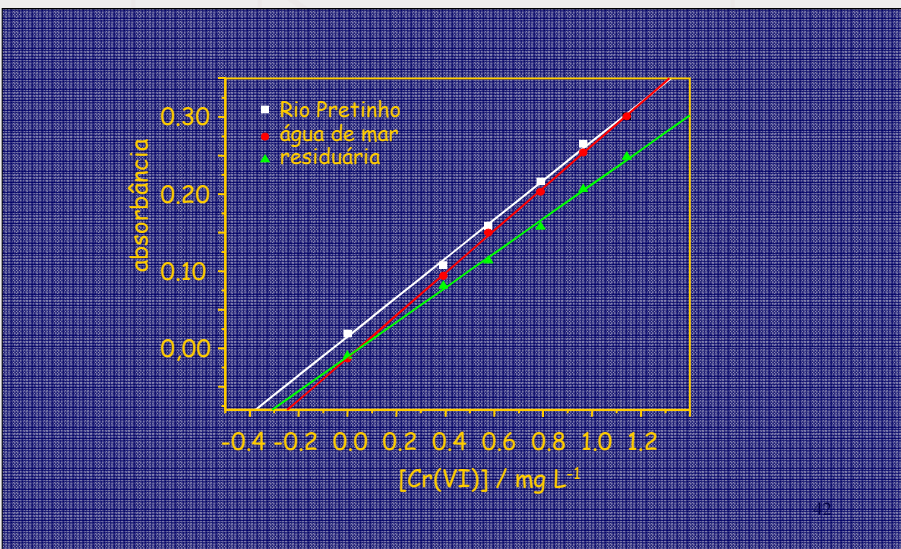
## Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA)

adição de padrão

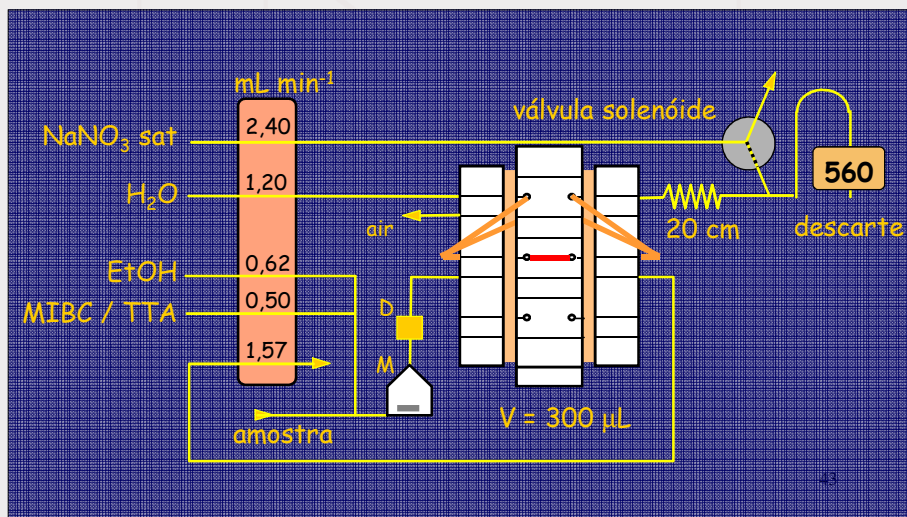


## Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA)

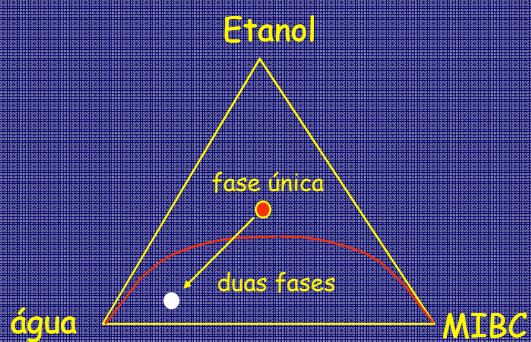
adição de padrão - determinação de Cr(VI)



## Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA) extração em fase única

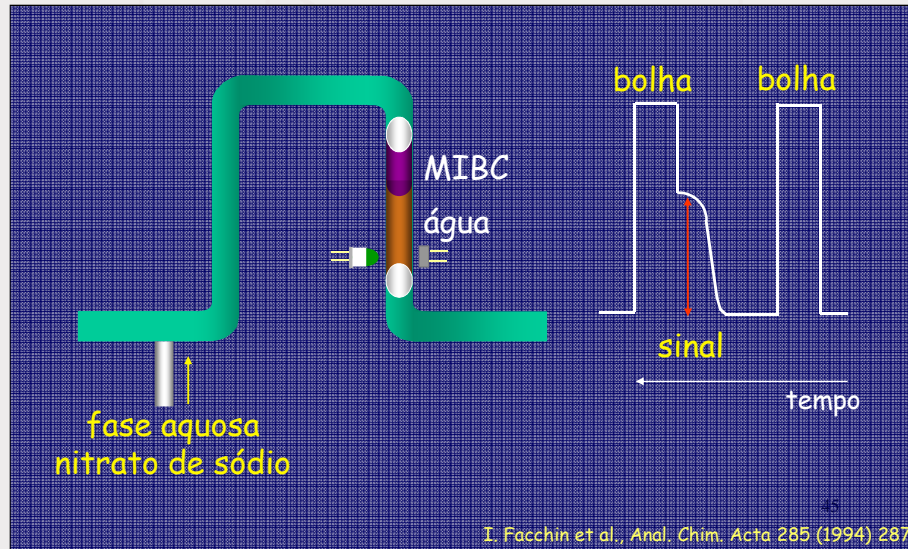


## Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA) extração em fase única



I. Facchin et al., *Anal. Chim. Acta* 285 (1994) 287

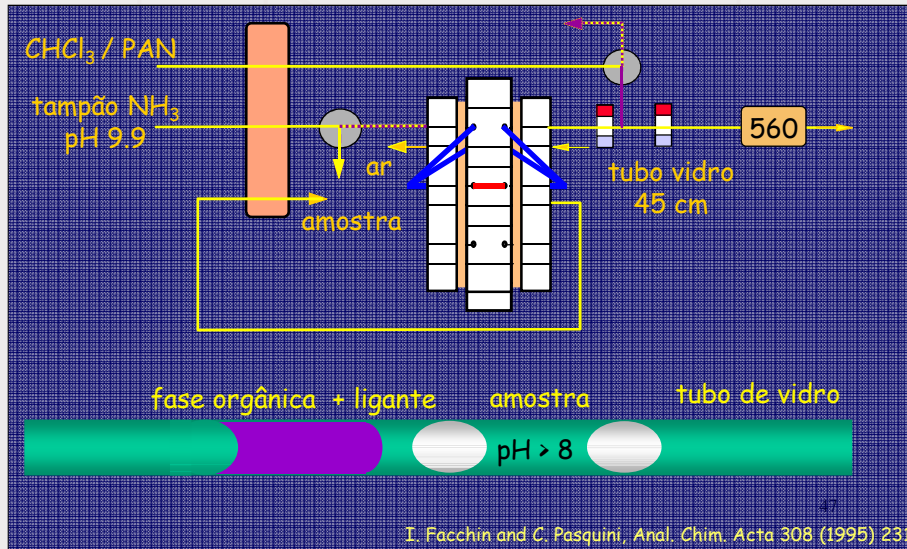
Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA)  
extração em fase única - separação de fases e detecção



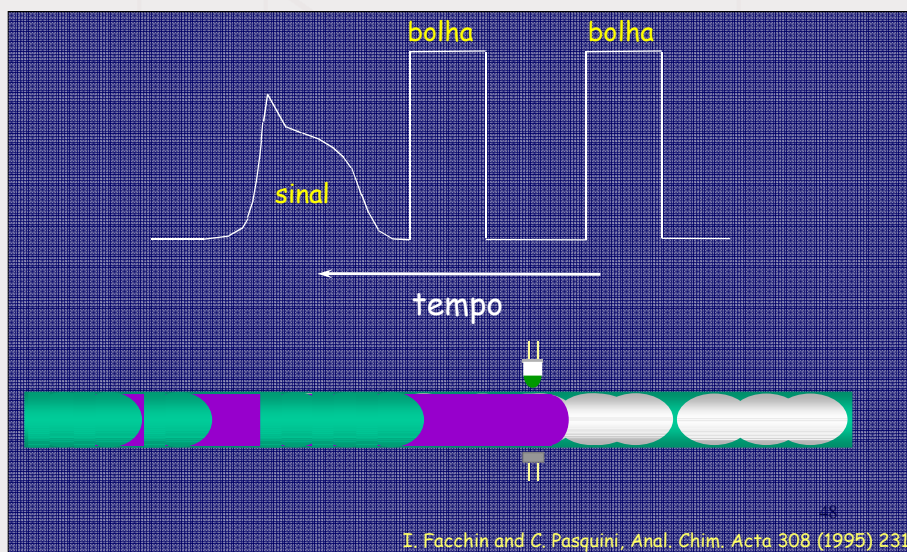
Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA)  
extração em fase única - determinação de Fe(III)

- $\text{Fe}^{3+}$ : 2 - 30  $\text{mg L}^{-1}$
- 80 amostra por hora
- 100 % extração
- segmentador não é necessário
- reação lenta: longo tempo de residência
- separador de fases:
  - forma de U, para orgânico mais denso que água ( $\text{CHCl}_3$ )
  - U invertido, para orgânico menos denso que água (MIBC)

## Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA) extração líquido - líquido



## Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA) extração líquido - líquido





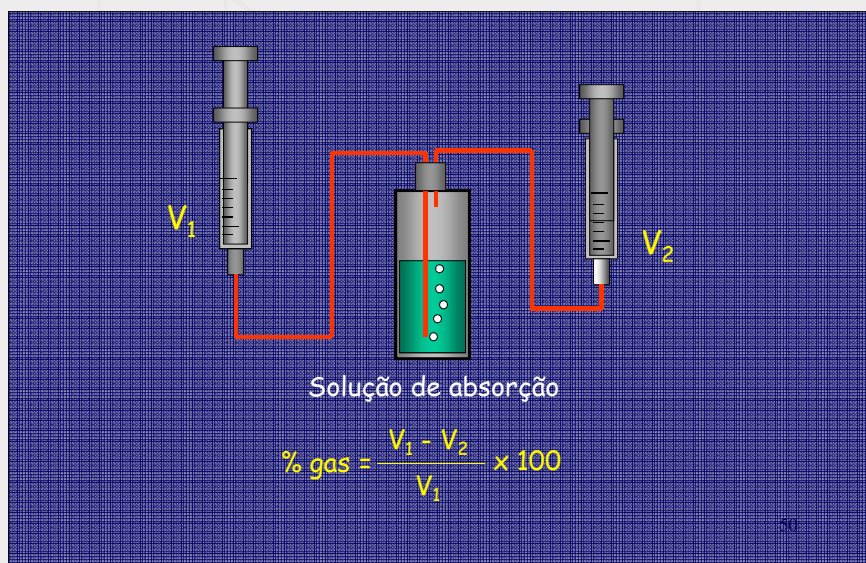
## Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA) extração líquido - líquido: determinação de Cd(II)

- limite detecção: 85 ng L<sup>-1</sup>
- linearidade: 2,0 mg L<sup>-1</sup>
- 30 amostras h<sup>-1</sup>
- 75 % eficiência de extração (100 % ciclando ou 100 cm)
- separação devido a adsorção:
  - sinal diminui: adição de Cl<sup>-</sup>  
pH mais baixo
- sinal depende da razão fase orgânica / fase aquosa

49

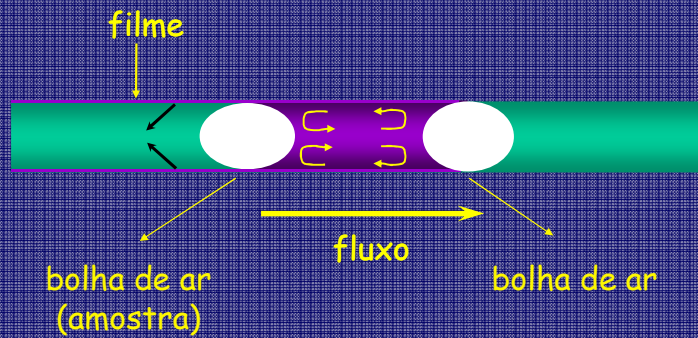
I. Facchin and C. Pasquini, Anal. Chim. Acta 308 (1995) 231

## Determinação volumétrica de Gases Orsat

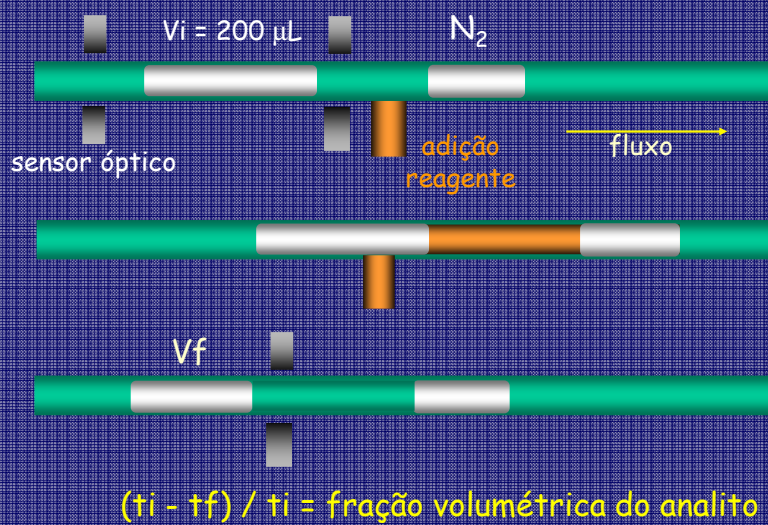


50

Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA)  
determinação volumétrica de gases

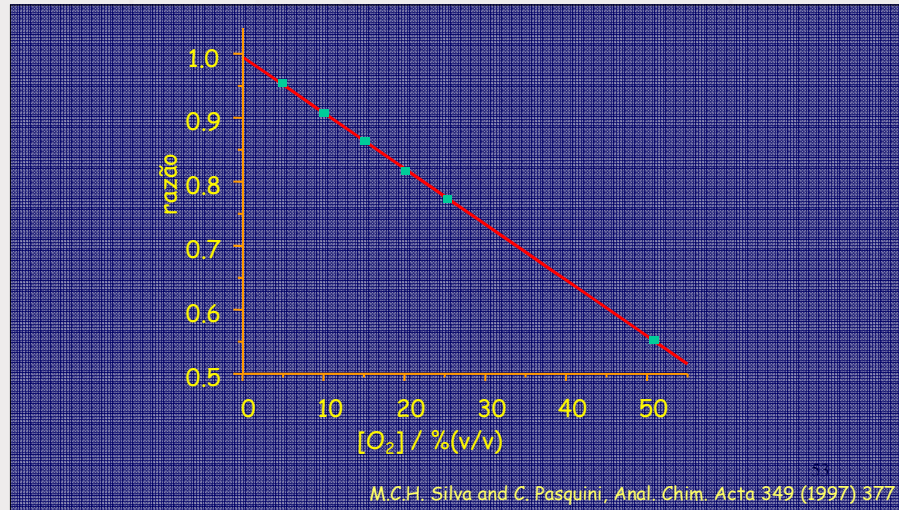


Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA)  
determinação volumétrica de  $\text{CO}_2$  e  $\text{O}_2$



Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA)  
determinação volumétrica de  $O_2$

• reagente: ácido pirogálico + KOH



Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA)  
determinação volumétrica de  $O_2$

	[ $O_2$ ] / % (v/v)		desvio %(v/v)
	esperado	obtido $\pm s$	
Procedimento I (primário)	5.0	5.1 $\pm$ 0.1	0.1
	15.1	14.5 $\pm$ 0.3	- 0.6
	25.3	24.1 $\pm$ 0.5	- 1.2
Procedimento II (calibração)	10.1	9.8 $\pm$ 0.3	- 0.3
	15.1	15.0 $\pm$ 0.2	- 0.1
	20.1	19.8 $\pm$ 0.3	- 0.3

54

M.C.H. Silva and C. Pasquini, Anal. Chim. Acta 349 (1997) 377

Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA)  
determinação de CO<sub>2</sub> em embalagens

	queijo parmesão			massa fresca			leite instantâneo		
	GC	MSFA	dev.	GC	MSFA	dev.	GC	MSFA	dev.
s	0.39	0.66	----	2.00	0.15	----	0.52	0.39	----
	43.68	43.21	-0.47	61.48	60.53	-0.95	6.78	6.77	-0.01
	43.52	42.98	-0.54	61.57	59.66	-1.91	6.62	6.58	-0.04
	43.87	42.69	-1.18	62.04	62.14	0.10	5.57	4.93	-0.64
	43.59	43.20	-0.39	60.84	60.69	-0.38	7.41	6.19	-1.22
	42.96	43.02	-0.06	60.48	60.10	-0.38	6.90	6.72	-0.18
	42.65	42.39	-0.26	60.49	61.40	0.91	5.51	5.59	0.48
	43.57	43.67	0.10	61.07	60.22	-0.85	5.7	6.38	0.68

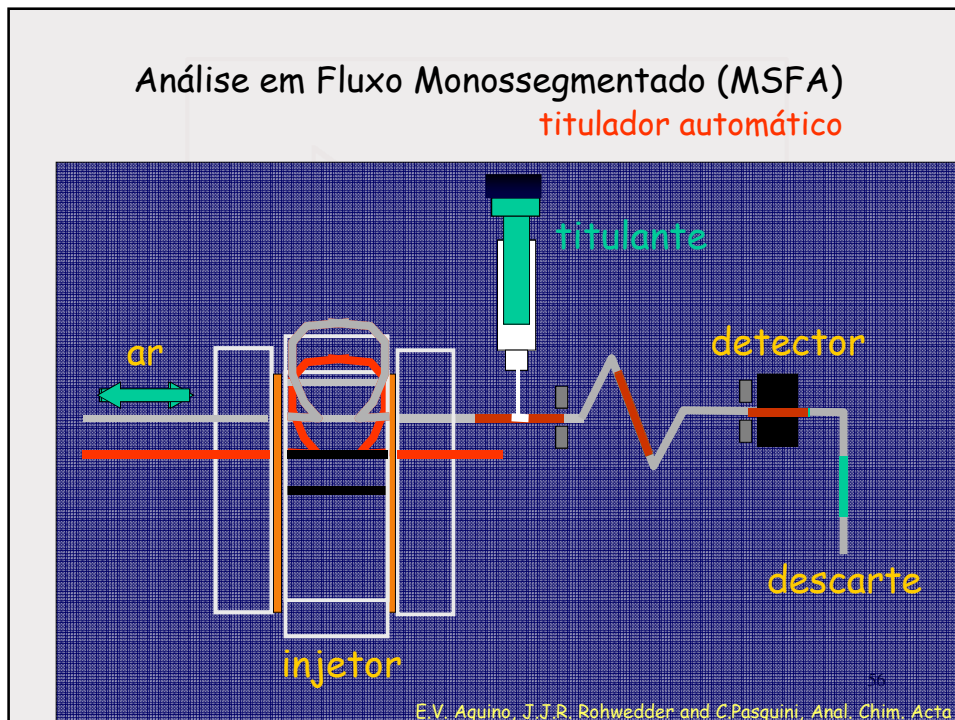
s = standard deviation of 5 determinations

reagente: KOH

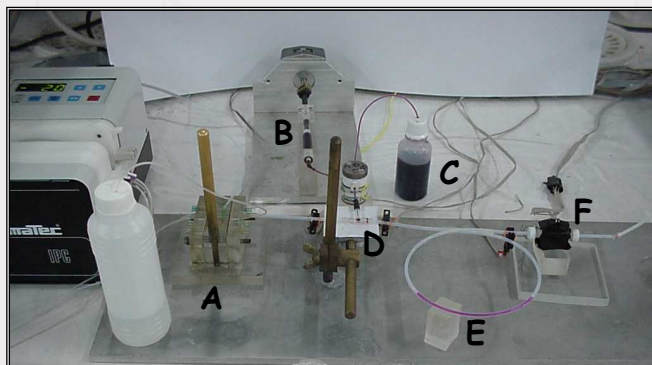
55

M.C.H. Silva et al., Pack. Tech. Sci., 12 (1999) 271

Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA)  
titulador automático



## Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA) titulador automático



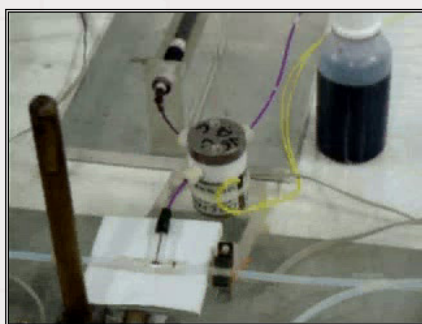
A. injetor  
B. seringa do titulante  
C. reservatório do titulante

D. ponto de adição do titulante  
E. bobina de reação  
F. detector fotométrico

57

E.V. Aquino, J.J.R. Rohwedder and C.Pasquini, Anal. Chim. Acta

## Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA) titulador automático

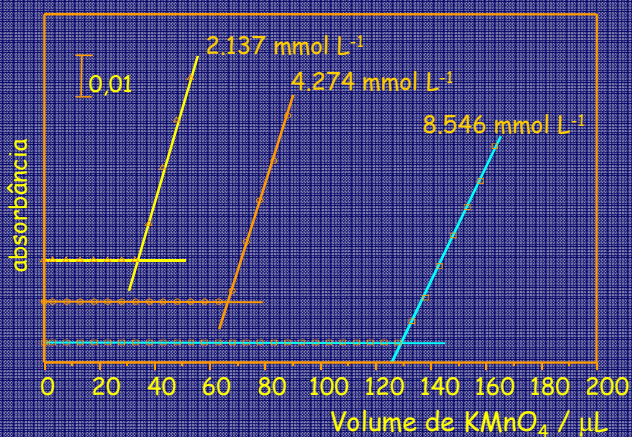


58

## Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA) curvas de titulação

Titulante:  $\text{KMnO}_4 - 1,920 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$

Titulado: 146,0  $\mu\text{L}$  Fe(II) em  $\text{H}_2\text{SO}_4$



E.V. Aquino, J.J.R. Rohwedder and C.Pasquini, Anal. Chim. Acta

## Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA) determinação de $\text{H}_2\text{O}_2$

amostra	monossegmentado %(m/v)	manual %(m/v)	erro relativo(%)
1 (10 Vol.)	2.878 ± 0.003	2.854 ± 0.007	0.6
2 (10 Vol.)	2.660 ± 0.007	2.621 ± 0.010	1.4
3 (10 Vol.)	3.101 ± 0.007	3.075 ± 0.014	0.8
4 (15 Vol.)	4.103 ± 0.011	4.083 ± 0.015	0.5
5 (20 Vol.)	5.688 ± 0.010	5.660 ± 0.007	0.5
6 (30 Vol.)	8.305 ± 0.051	8.240 ± 0.020	0.9

média ± desvio padrão de 5 determinações

E.V. Aquino, J.J.R. Rohwedder and C.Pasquini, Anal. Chim. Acta

## Titulador em Fluxo Monossegmentado

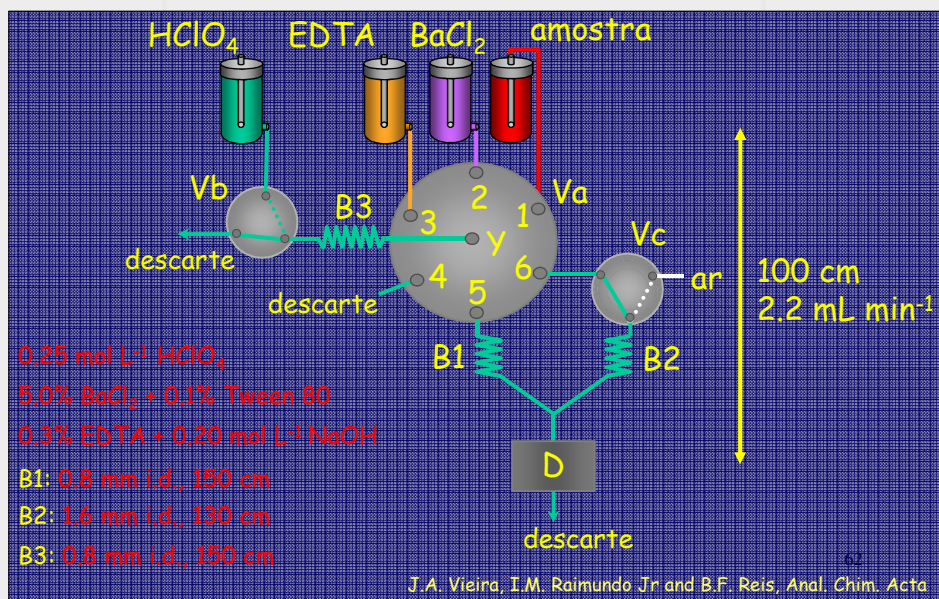
- titulação completa em uma única alíquota
- curvas de titulação similares às manuais
- não necessita de curva de calibração
- uso direto da estequiometria da reação
- uso de um volume definido de amostra

61

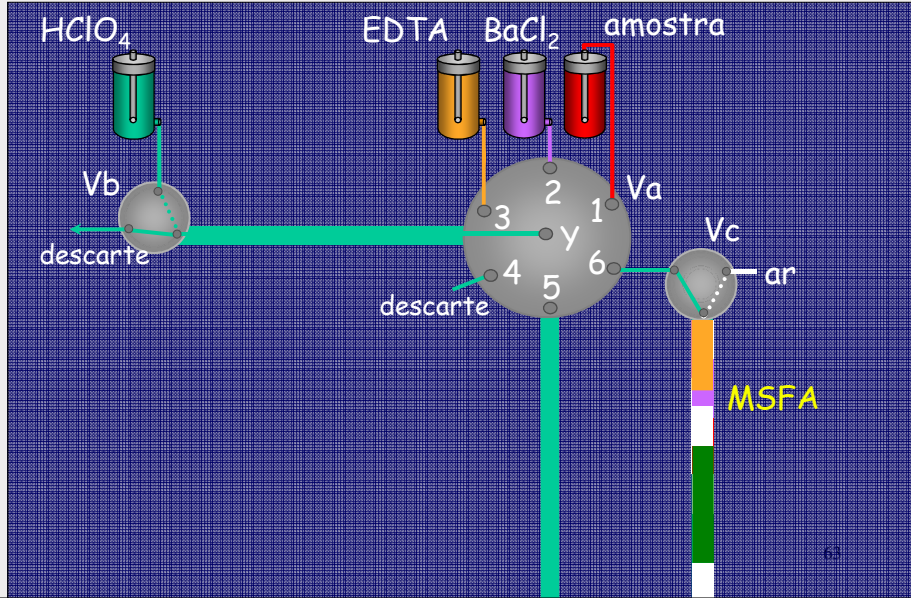
E.V. Aquino, J.J.R. Rohwedder and C.Pasquini, Anal. Chim. Acta

## Análise em Fluxo Monossegmentado (MSFA)

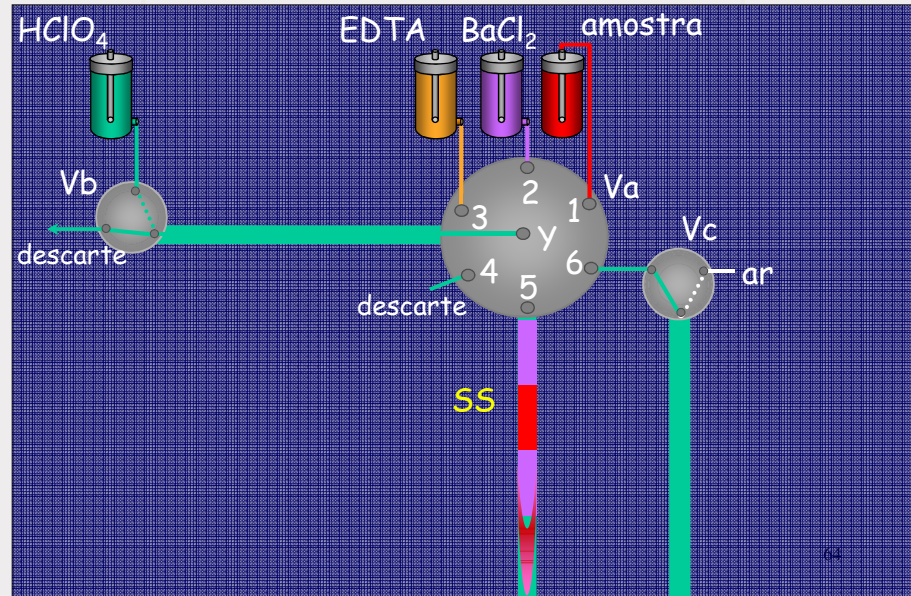
determinação turbidimétrica de sulfato



### Determinação turbidimétrica de sulfato MSFA

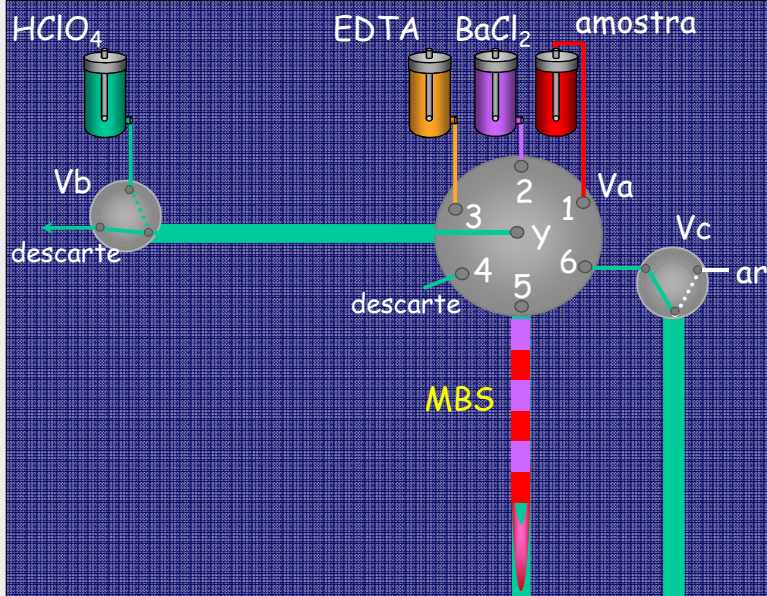


### Determinação turbidimétrica de sulfato amostragem sanduíche

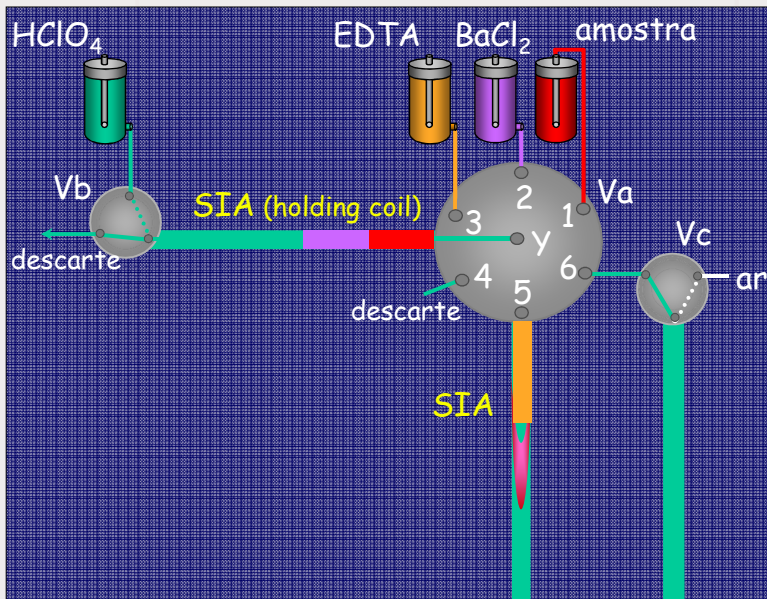




Determinação turbidimétrica de sulfato  
amostragem binária



Determinação turbidimétrica de sulfato  
SIA



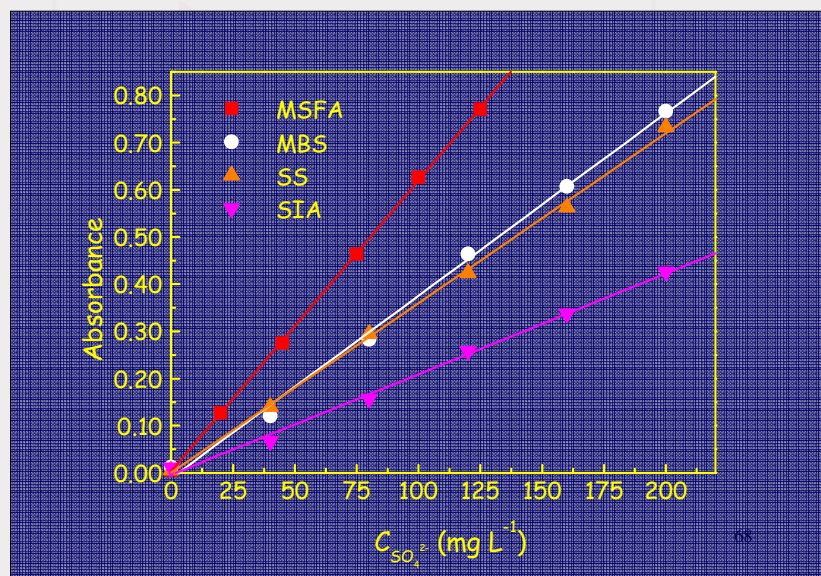
### Determinação turbidimétrica de sulfato figuras de mérito

	MSFA	FIA-MBS	FIA-SS	SIA
frequência (amostras h <sup>-1</sup> )	40	40	40	30
faixa linear (mg L <sup>-1</sup> )	20 - 125	40 - 200	40 - 200	40 - 200
limite de detecção (mg L <sup>-1</sup> )	15	30	29	33
repetibilidade*	0.720±0.007	0.643±0.013	0.628±0.017	0.476±0.015

\* média de 6 determinações de uma solução de 120 mg L<sup>-1</sup> SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>

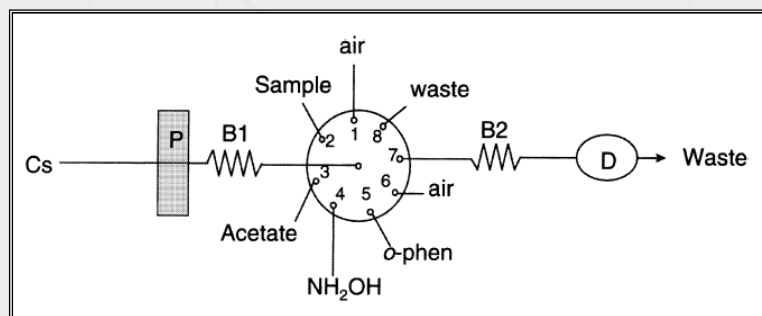
67

### Determinação turbidimétrica de sulfato curvas analíticas



68

## Estratégias de amostragem em SIA determinação de Fe com o-fenantrolina



**SIA:** amostra, tampão,  $\text{NH}_2\text{OH}$ , fenantrolina

**binária:** mesma sequência, metade volume por duas vezes

**sanduíche:** fen,  $\text{NH}_2\text{OH}$ , tampão, amostra, tampão,  $\text{NH}_2\text{OH}$ , fen

**MSFA:** ar, reagentes, amostra, ar

Vieira et al., Anal. Chim. Acta 366 (1998) 257-262

69

## Estratégias de amostragem em SIA determinação de Fe com o-fenantrolina

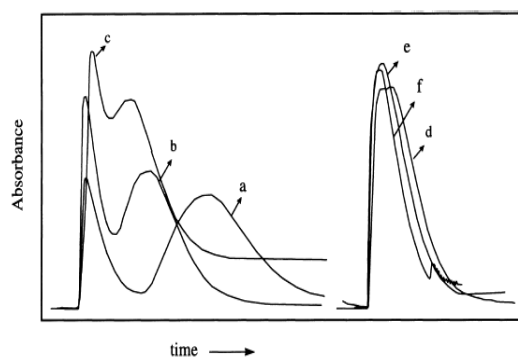


Fig. 2. Signal profiles obtained for different sample volumes for sandwich sampling, employing a  $3.0 \text{ mg l}^{-1}$  Fe(II) reference solution and a total reagent volume of  $210 \mu\text{l}$ . Sample volumes:  $1200 \mu\text{l}$  (a);  $600 \mu\text{l}$  (b);  $400 \mu\text{l}$  (c);  $267 \mu\text{l}$  (d);  $200 \mu\text{l}$  (e) and  $133 \mu\text{l}$  (f).

70

## Estratégias de amostragem em SIA determinação de Fe com o-fenantrolina

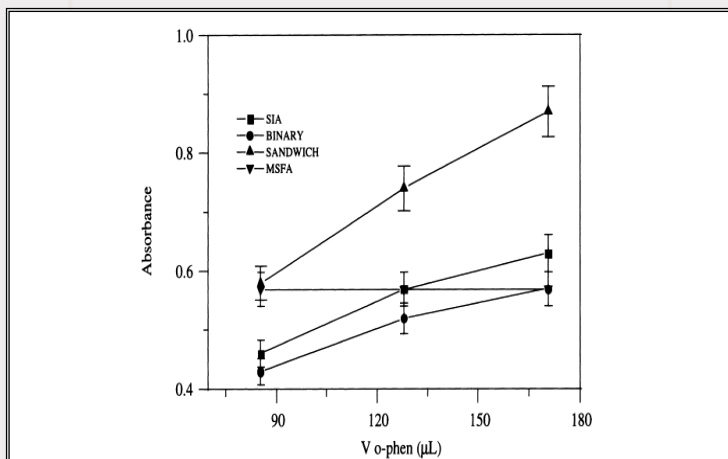


Fig. 3. Results obtained with different sampling strategies of an  $8.0 \text{ mg l}^{-1}$  Fe(II) reference solution, where the volume ratios of the solutions were constant, as follows: sample: 85, 128, 170;  $\text{NH}_2\text{OH}$ : 21, 32, 43; acetate: 107, 160, 213, o-phen: 107, 160, 213.

71

## Estratégias de amostragem em SIA determinação de Fe com o-fenantrolina

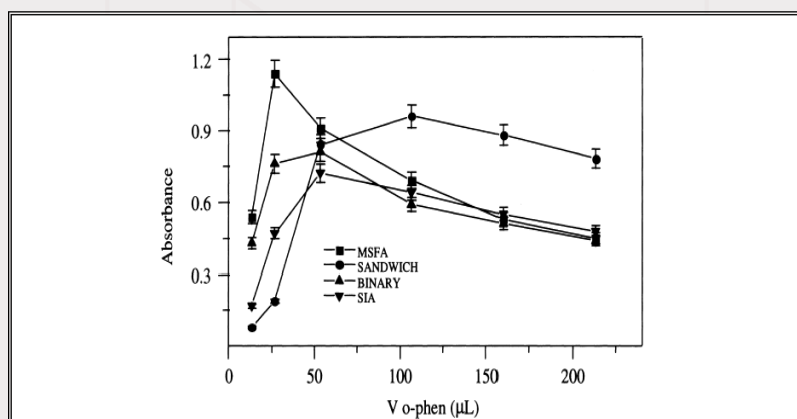


Fig. 4. Results obtained with different sampling strategies, using  $170 \mu\text{l}$  of an  $8.0 \text{ mg l}^{-1}$  Fe(II) reference solution and the following volumes ( $\mu\text{l}$ ) of reagent solutions:  $\text{NH}_2\text{OH}$ : 3, 5, 11, 21, 32, 43; acetate: 13, 27, 53, 107, 160, 213; o-phen: 13, 27, 53, 107, 160, 213.

72

## Estratégias de amostragem em SIA determinação de Fe com o-fenantrolina

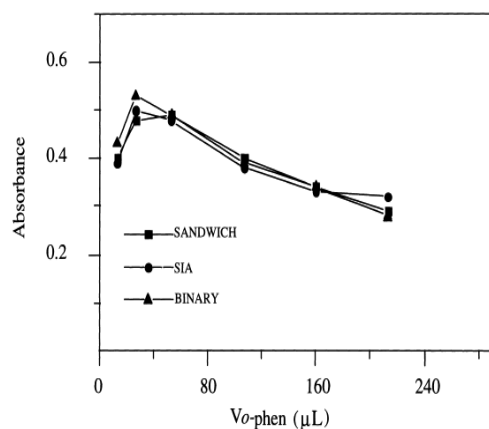
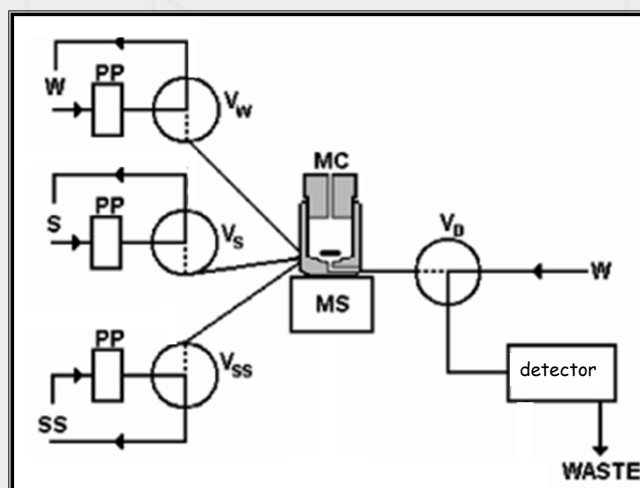


Fig. 5. Results obtained with the three sampling strategies implemented with the monosegmented-flow approach. Solution volumes were the same as described in Fig. 4 (error bars were omitted for clarity).

73

## Sistema Flow-Batch

Araújo & colab. (1999)



74

Honorato, Araújo, Lima, Zagatto, Lapa, Costa Lima, Anal. Chim. Acta 396 (1999) 91-97

## Sistema Flow-Batch

Araújo & colab. (1999)

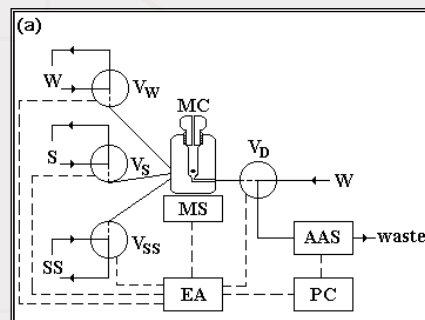
- combina vantagens dos sistemas em fluxo e discretos
- câmara de reação + medida em fluxo
- versatilidade
- necessário controle por computador
- alta frequência de amostragem

75

## Sistema flow-batch

### adição de padrão

Implementation of an automatic standard-addition method in a flow-batch system: application to copper determination in alcoholic beverages by AAS

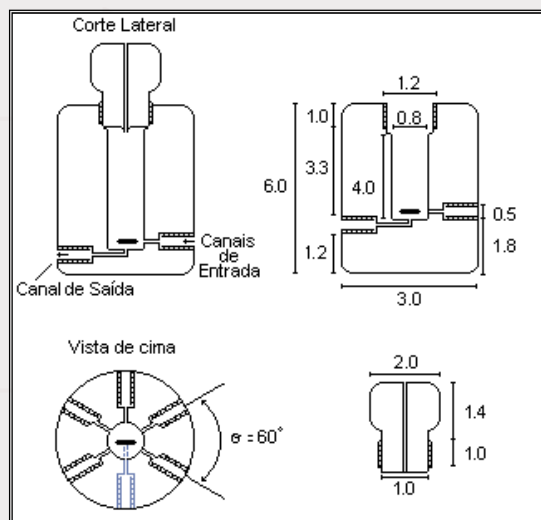


EA = atuador eletrônico, MC = câmara de mistura, MS = agitador, AAS = espectrômetro de absorção atômica, PC = microcomputador, VW, VS, VSS e VD = válvulas solenóides, W = água, S = amostra, SS = padrão

76

L.F. Almeida, M. C. U. Araújo, Anal. Chim. Acta 486 (2003) 143

## Sistema flow-batch adição de padrão



L.F. Almeida, M. C. U. Araújo, Anal. Chim. Acta 486 (2003) 143

77

## Sistema flow-batch adição de padrão

Determinação de cobre ( $\text{mg l}^{-1}$ ) em cachaça

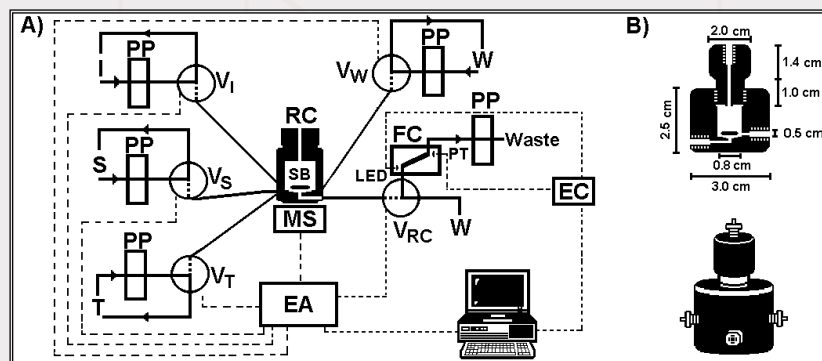
Samples	Flow-Batch SAM*	Standard Deviation*	Expected Value	Manual SAM
Synthetic 1	2.1	0.1	2.0	-
Synthetic 2	2.9	0.1	3.0	-
Synthetic 3	4.1	0.1	4.0	-
Cachaça 1	3.1	0.1	-	3.1
Cachaça 2	6.9	0.2	-	6.8
Cachaça 3	1.3	0.1	-	1.4
Cachaça 4	1.5	0.1	-	1.5
Cachaça 5	3.0	0.1	-	3.0
Cachaça 6	0.8	0.1	-	0.8

\*média de 6 replicatas e desvio padrão ( $\text{mg l}^{-1}$ )

- ~ 70 amostras/hora
- rsd < 1 %

78

## Sistema flow-batch detecção fotométrica



79