



## DESENVOLVIMENTO DE UM INJETOR MECANIZADO PARA SISTEMAS ELETROQUÍMICOS

*Gustavo Souza Vieira Dutra<sup>1</sup>, Dianderson de Melo Higino Mendonça<sup>1</sup>, Eduardo Mathias Richter<sup>1</sup>  
Rodrigo Alejandro Abarza Muñoz<sup>1</sup>*

### RESUMO:

A utilização de sistemas que facilitam a realização de procedimentos e aumentam a repetibilidade dos mesmos é o foco da automatização e é de suma importância para a produção de resultados confiáveis. Neste trabalho, nós apresentamos um sistema cuja proposta é realizar a mecanização de um procedimento eletroquímico com o intuito de aumentar a precisão e repetibilidade se comparado a processos usuais. Além disso, é proposto como uma alternativa de menor custo e com maior versatilidade—que muitos dos equipamentos os quais realizam funções parecidas e que estão disponíveis no mercado.

**PALAVRAS-CHAVE:** Mecanização, Automatização, Eletroanalítica.

### DEVELOPMENT OF AN MECANIZED INJECTOR FOR AN ELECTROCHEMICAL ANALYSIS SYSTEM

### ABSTRACT:

The use of systems that facilitates the realization of procedures and increase their repeatability is the focus of automation and is of paramount importance for production of reliable results. In this work, we present a system whose proposal is to carry out the mechanization of an electrochemical procedure with the aim of increasing accuracy and repeatability compared to usual processes. In addition, it is proposed as an alternative of lower cost and more versatile than many of the equipments that perform similar functions and which are available on the market.

**KEYWORD:** Mechanization, Automatization, Electroanalytical

### INTRODUÇÃO

A automatização de sistemas é tendência em uma ampla gama de setores e aplicações, sendo hoje necessária para manutenção do estilo de vida atual da sociedade. Dessa forma, além de proporcionar uma maior agilidade de produção, cria conforto e agiliza processos do cotidiano. Da mesma maneira a aplicação de sistemas automatizados na área laboratorial também apresenta ótimos resultados, a possibilidade da anulação de erros do analista (erro humano) é uma das principais vantagens, pois a mesma representa boa parte do erro total de uma análise.

Assim, o foco deste trabalho é apresentar uma possibilidade de realizar processos com o mínimo de intervenção do analista, mais eficaz e rápida, imprimindo melhores resultados. Contudo, a existência de um sistema é atrelada a sua viabilidade e aplicabilidade, portanto é necessário que este seja acessível e de fácil manuseamento para abranger o máximo de aplicações possíveis de forma simples e de baixo custo. A utilização da impressão 3D é uma alternativa viável e que permite a todos proporem novas tecnologias sem grandes investimentos em modelos estruturais.

Com a proposta de comprovar sua eficácia em substituir sistemas atualmente utilizados que possuem alto custo e onde a presença humana é indispensável, será demonstrada uma comparação entre resultados com a utilização de uma micropipeta eletrônica e os resultados obtidos pelo sistema aqui proposto. Além do desempenho do sistema na injeção de amostras também será mostrada a possibilidade de realizar outros processos, como o preparo de amostras.

### MATERIAIS E MÉTODOS

#### Reagentes

Os reagentes utilizados foram de alto grau analítico e foram usados sem purificação prévia.

As soluções foram preparadas com água deionizada, de alta pureza (com uma resistividade maior que 18 M $\Omega$  cm) obtida de um sistema de purificação Milli-Q (Millipore, Bedford, MA, EUA).

Os reagentes utilizados no desenvolvimento do trabalho foram: ácido acético com teor de 99,7% e Butil Hidroxitolueno - BHT, fornecidos por Vetec (Rio de Janeiro, Brasil), paracetamol e etanol com teores de 99,8% e 99,5% respectivamente, ambos produzidos por Synth (Diadema-SP), 2,2-difenil-2-picrilhidrazil – DPPH com teor baixo de 85% com procedência de Sigma-Aldrich.

## **Instrumentação**

### **Potenciostato**

Os registros eletroquímicos foram conduzidos usando um potenciostato  $\mu$ -Autolab tipo III (EcoChemie, Utrecht, The Netherlands), relacionado à um microcomputador. Para o controle do equipamento foi utilizado o software NOVA (versão 1.11.12).

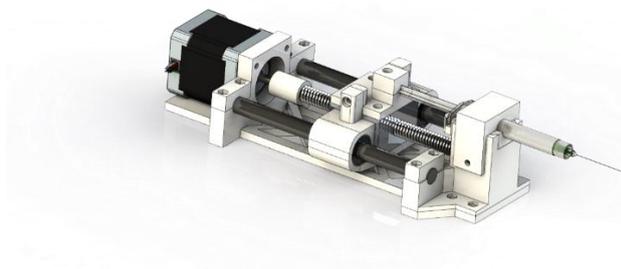
### **Micropipeta eletrônica**

Para os experimentos ilustrados nas Figura 3, as injeções de soluções padrão foram conduzidas utilizando uma micropipeta eletrônica (Eppendorf Multipette stream).

### **Sistema de injeção com bomba seringa e fuso**

O sistema ilustrado na Figura 1 é um injetor conhecido como bomba seringa, pois há uma seringa acoplada a ele e o movimento do êmbolo que faz a solução se deslocar para frente ou para trás. Também acoplado a este dispositivo tem-se: um motor de passo modelo NEMA 17, dois guias lineares, dois rolamentos lineares, um fuso com 2mm de passo e uma castanha. As demais partes que constituem o sistema (estrutura) foram projetadas em software CAD (SolidWorks) e impressas em impressora 3D comercial (Core A1 dual – GTMax3D).

**Figura 1** – Sistema de injeção com bomba seringa e fuso



Fonte: Autoria própria

### **Sistemas de movimentação com motores de passo e sensores magnéticos**

A Figura 2 expõe um aparato que integra as peças impressas e componentes comerciais: 3 motores de passo tipo NEMA 17, 1 motores de passo tipo 28BYJ-48, 1 potenciômetro rotativo modelo B10K, 3 sensores magnéticos, 1 sensor mecânico de fim de curso, 1 fuso de  $\varnothing$  5mm e 2 mm de passo com castanha em latão, um acoplador e rolamentos diversos.

**Figura 2.** Ilustração do sistema de movimentação com motores de passo e sensores magnéticos



Fonte: Autoria própria

O motor 28BYJ-48 não é preciso o suficiente além de apresentar uma pequena folga no eixo, por isso, o B10K foi adicionado e trabalha em malha fechada com o motor solucionando o problema de precisão antes observado e como é alinhado com o eixo do motor, gira com o mesmo eliminando a folga do motor, já que seu eixo não apresenta folga.

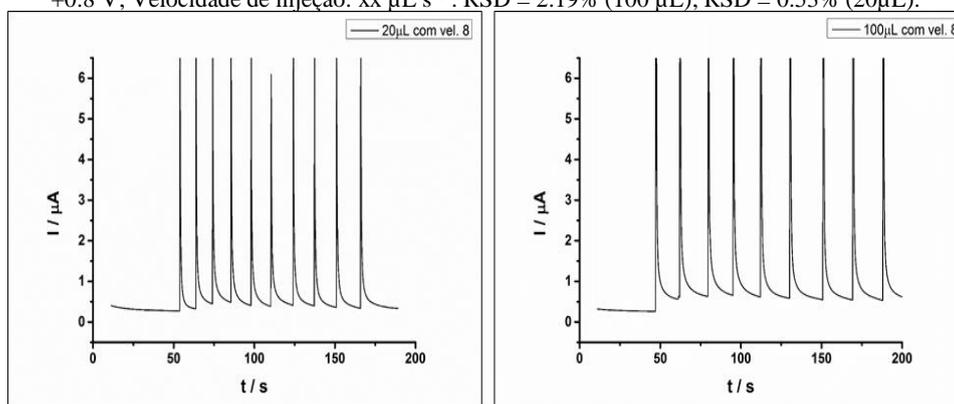
## Método

A avaliação da melhor configuração durante os experimentos se deu com base na resposta obtida nos eletrodos, repetindo o procedimento diversas vezes e calculando o Desvio Padrão Relativo – DPR. A comparação foi realizada entre resultados obtidos entre a micropipeta eletrônica comercial e o sistema desenvolvido neste projeto.

## RESULTADOS PARCIAIS/FINAIS

Para a comparação entre o sistema desenvolvido e os métodos usuais utilizados foi realizada a análise do sistema com a utilização da micropipeta eletrônica. Para essa análise foram feitas injeções consecutivas de uma solução com paracetamol, permitindo que seja visto a constância entre os resultados como demonstrado na Figura 3.

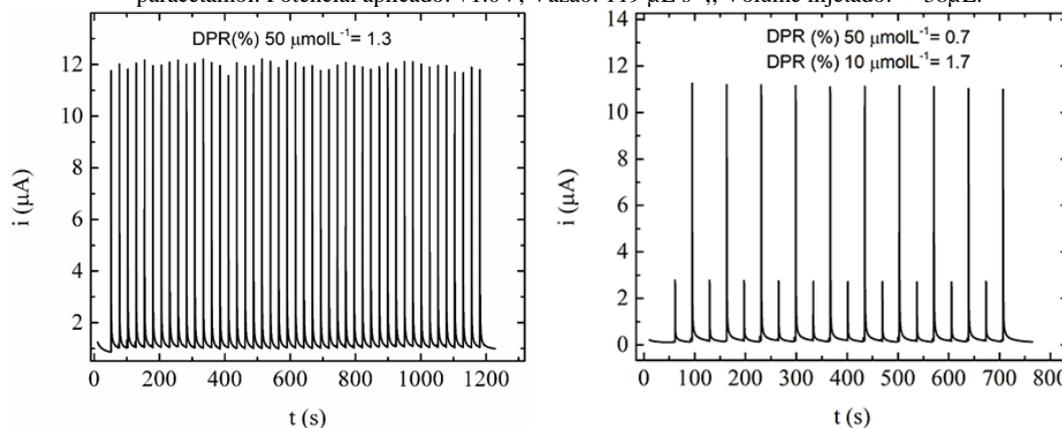
**Figura 3.** Repetibilidade para injeções sucessivas de solução contendo paracetamol  $50\mu\text{mol L}^{-1}$ ; Potencial aplicado:  $+0.8\text{ V}$ ; Velocidade de injeção:  $xx\ \mu\text{L s}^{-1}$ . RSD = 2.19% ( $100\ \mu\text{L}$ ); RSD = 0.53% ( $20\mu\text{L}$ ).



Fonte: Dianderson de Melo Higino Mendonça

A Figura 4 representa a análise do sistema de injeção com bomba seringa e fuso e do sistema de movimento. Foram realizadas 45 injeções consecutivas de modo a apresentar a constância do sistema sobre essa ação e também, com a utilização do sistema de movimentação, foram realizadas injeções de duas amostras intercaladas, mostrando sua repetibilidade de movimento.

**Figura 4.** Estudos de repetibilidade para injeções sucessivas de solução contendo de paracetamol  $50\ \mu\text{mol L}^{-1}$  RSD = 1.3%;  $n = 45$ ) e injeções alternadas de soluções contendo  $10$  (RSD = 1.7%) e ou  $50\ \mu\text{mol L}^{-1}$  (RSD = 0.7%) de paracetamol. Potencial aplicado:  $+1.0\text{V}$ ; Vazão:  $119\ \mu\text{L s}^{-1}$ ; Volume injetado:  $= 38\mu\text{L}$ .



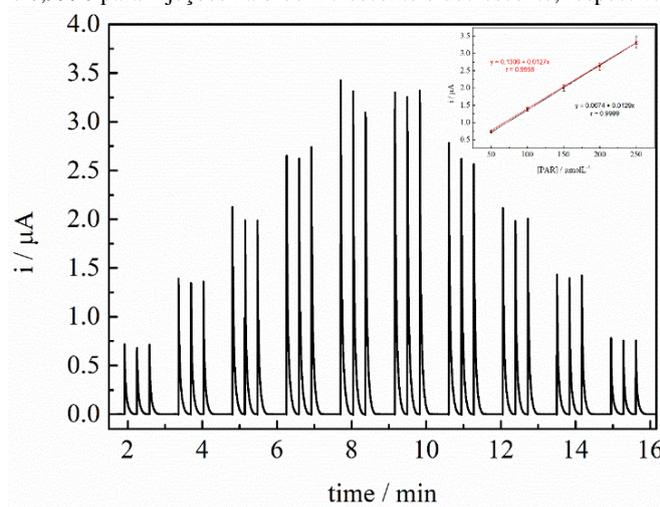
Fonte: Dianderson de Melo Higino Mendonça

Os RSDs calculados a partir dos resultados apresentados nas Figuras 3 (pipeta eletrônica – operada por um analista) 4 (sistema proposto) são similares, o que comprova o excelente desempenho do sistema mecanizado construído em laboratório.

Para demonstrar a repetibilidade do sistema em uma aplicação utilizando do sistema de

injeção em conjunto com o de movimentação foi realizado o experimento demonstrado na Figura 5. Neste, o sistema preparou as amostras e as analisou sem a necessidade de intervenção. Para demonstrar a repetibilidade dos resultados foram feitas análises com um aumento crescente de concentração de paracetamol a cada ciclo e depois as mesmas de maneira decrescente.

**Figura 5:** Resultados obtidos para injeções em triplicata de soluções com concentrações crescentes de paracetamol (50 a 250  $\mu\text{mol L}^{-1}$ ) e respectivas curvas de calibração; potencial de +1.0V; Vazão: 1670  $\mu\text{L s}^{-1}$ ; Volume injetado: 0,5  $\mu\text{L}$  ( $R = 0,9999$  e  $0,9998$  para injeções na ordem crescente e decrescente, respectivamente).



Fonte: Autoria própria

Os resultados da Figura 5 mostram que o sistema proposto pode ser usado em situações onde o volume de amostra disponível é menor que 1,0 $\mu\text{L}$ . Poucos sistemas analíticos disponíveis no mercado permitem a realização de análises com volumes de amostra tão reduzidos. Esta possibilidade também é relevante do ponto de vista ambiental, pois o volume de resíduos gerados por análise tende a ser muito menor. Finalmente é importante lembrar que o sistema proposto é totalmente mecanizado e, além da injeção das soluções, todas as soluções foram preparadas pelo equipamento sem intervenção do analista.

## CONSIDERAÇÕES FINAIS

Os resultados obtidos com o sistema automatizado proposto e a micropipeta eletrônica (sistema de injeção comercial) foram similares, o demonstra o potencial do sistema construído em laboratório. Além disso, o sistema também tem vantagens adicionais, como a possibilidade de operação sem intervenção do analista, análise de amostras de volumes muito pequenos e maior versatilidade em outros procedimentos experimentais (ex.: preparo de amostras).

## REFERÊNCIAS

- SPOTTS, M. F.; SHOUP, T. E.; HORNBERGER, L. E. “Design of Machine Element”, 2003, 8th Edition, Prentice-Hall.
- ROBERT L. N, “Machine Design”, 5th Edition, 2013

<sup>1</sup> Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, Minas Gerais