

# **ANÁLISE INSTRUMENTAL**

**INTRODUÇÃO / DIRETRIZES / RECORDAÇÕES**

## **DOCENTES**

- **Prof. Dr. Antônio Aarão Serra**
- **Profa. Dra. Jayne Carlos de Souza Barboza**

# **INTRODUÇÃO / DIRETRIZES / RECORDAÇÕES**

## **PLANO DE AULA**

**A. DADOS DA DISCIPLINA**

**B. EMENTA**

**C. PROGRAÇÃO DAS AULAS**

**D. INTRODUÇÃO/DIRETRIZES/RECORDAÇÕES**

**E. ANÁLISE ELEMENTAR**

# **INTRODUÇÃO / DIRETRIZES / RECORDAÇÕES**

## **A. DADOS DA DISCIPLINA**

## **DADOS DA DISCIPLINA**

- **Universidade de São Paulo**
- **Unidade: 88 - EEL**
- **Disciplina: LOQ4001 - Análise Instrumental**
- **Período: 02/08/2019 - 06/12/2019**
- **Créditos Aula: 4**
- **Carga Horária Total: 60 h/a**
- **Tipo: Semestral**
- **Sala: 106 – Campus I**

# **INTRODUÇÃO / DIRETRIZES / RECORDAÇÕES**

## **B. EMENTA**

# EMENTA

- **Objetivos**
- Apresentar aos alunos as bases teóricas e experimentais dos métodos instrumentais (quantitativos e qualitativos) de uso mais frequentes na área química, incluindo o preparo de amostras e a criteriosa avaliação dos resultados analíticos.
- Ao final da disciplina, o aluno deve ser capaz de escolher e aplicar a metodologia mais adequada à solução dos problemas analíticos em geral, assim como interpretar resultados de análises químicas.

# EMENTA

- **Programa Resumido:**
  - **Introdução;**
  - **Preparo de amostras;**
  - **Métodos Espectroanalíticos: UV/Visível, Absorção Atômica, Emissão Atômica, Infravermelho;**
  - **Métodos Eletroanalíticos: Potenciometria e Condutimetria;**
  - **Métodos Cromatográficos: Cromatografia a Gás e Cromatografia Líquida de Alta Eficiência.**

# EMENTA

- **Programa**
- **1) Introdução à Análise Instrumental:**  
Correlação entre métodos analíticos instrumentais e por via úmida. Preparo de amostras em meio sólido e em meios líquidos aquosos e não aquosos. Solubilização, digestão, fontes de energia aplicadas ao preparo, estabilização de amostras.



# EMENTA

- **2) Introdução aos Métodos Espectroanalíticos:** Natureza da energia radiante. Espectro eletromagnético. Interação da radiação com a matéria. Absorção seletiva. Absortividade. Lei de Beer-Lambert. Curvas analíticas.

## EMENTA

- **3) Introdução à Espectrofotometria:**  
No UV/Visível. Instrumentação.  
Aplicações e interpretação de  
resultados. Determinações simultâneas.  
Parte Experimental.

## EMENTA

- **4) Introdução às Espectrometrias de Absorção e de Emissão Atômicas:** Instrumentação. Interferências. Origem do espectro de emissão atômica. Fontes de atomização e de excitação. Calibração. Aplicações e interpretação de resultados. Parte Experimental.

## EMENTA

- **5) Introdução à Espectroscopia no Infravermelho:** Instrumentação. Interpretação de espectros. Aplicações. Parte Experimental.
- **6) Introdução aos Métodos Eletroanalíticos:** Potenciometria e Condutimetria. Instrumentação. Métodos diretos e indiretos. Aplicações e interpretação de resultados. Parte experimental.

# EMENTA

- **7) Introdução aos Métodos Cromatográficos:** Conceitos básicos dos métodos de separação. Fases móvel e estacionária. Cromatografia planar em papel e em camada delgada. Cromatografia em coluna. Cromatografia a gás e cromatografia líquida de alta eficiência. Instrumentação. Aplicações e interpretação de resultados. Parte Experimental.

# EMENTA

- **Avaliação**
- **Método:**
  - A avaliação da disciplina será feita por meio de avaliações escritas individuais (provas) e avaliações de atividades em grupo (relatórios das aulas práticas e/ou trabalhos escritos e/ou apresentações de seminários).

# EMENTA

- **Critério**

- A Média Final (MF) será calculada pela média entre todas as avaliações realizadas durante o semestre, sendo o conjunto das avaliações individuais correspondentes a 75% da composição de MF e o conjunto das avaliações em grupo correspondentes a 25% da composição de MF. Será aprovado o aluno que obtiver MF maior ou igual a cinco e frequência mínima de 70% no semestre.

# EMENTA

- **Norma de Recuperação**
- No período de Recuperação haverá horário previamente definido para resolução de dúvidas e será realizada uma avaliação escrita individual (Prova da Recuperação = PR), com conteúdo de todos os tópicos apresentados na disciplina durante o semestre.
- A Nota de Recuperação (NR) será dada pela média aritmética entre a Média do Semestre (MF) e a Prova da Recuperação (PR), sendo considerado aprovado o aluno que obtiver NR maior ou igual a cinco.



## EMENTA/BIBLIOGRÁFIA

- SKOOG, D.A.; HOLLER, F. J. ; NIEMAN, T. A. .  
*Princípios de análise instrumental.* 5ª ed.  
Porto Alegre: Bookman, 2002.
- MENDHAM, J.; DENNEY, R. C.; BARNES, J. D.;  
Thomas, M. Vogel. . *Análise química  
quantitativa.* 6ª ed. Rio de Janeiro: Livros  
Técnicos e Científicos, 2002.
- OHLWEILER, O. A. . *Fundamentos de análise  
instrumental.* Rio de Janeiro: Livros  
Técnicos e Científicos, 1981.

## EMENTA/BIBLIOGRÁFIA

- KRUG, F. J. (Org.). . *Métodos de preparo de amostras: fundamentos sobre métodos de preparo de amostras orgânicas e inorgânicas para análise elementar.* 1ª ed. Piracicaba: Edição do autor, 2008.
- COLLINS, C. H.; BRAGA, G. L.; BONATO, P. S. (Org.). . *Fundamentos de cromatografia.* 1ª ed. Campinas: Editora da UNICAMP, 2006.

## EMENTA/BIBLIOGRAFIA

- CHRISTIAN, G. D. . *Analytical chemistry*. 4<sup>a</sup> ed. Nova York: John Wiley & Sons, 1986.
- DYER, J. R. *Aplicação da espectroscopia de absorção aos compostos orgânicos*. 1<sup>a</sup> Reimpressão. São Paulo: Edgard Blucher, 1977.
- SILVERSTEIN, R. M.; WEBSTER, F. X.; KIEMLE, D. J. *Identificação espectrométrica de compostos orgânicos*. 7<sup>a</sup> ed. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos, 2007.

## EMENTA/BIBLIOGRÁFIA

- WILLARD, H. H.; MERRITE, L.; DEAB, J.  
*Instrumentação analítica.* Lisboa:  
Fundação Calouste Gulbekian, 1989.
- HARRIS, C. D. . *Análise Química Quantitativa.* 7<sup>a</sup>  
Edição, Editora LTC, Rio de Janeiro, RJ, 2008.

# BIBLIOGRÁFIAS

- LOPES, W. A.; FASCIO, M. . *Esquema para interpretação de espectros de substâncias orgânicas na região do infravermelho.* Química Nova, v.27, n.4, p.670-673, 2004.
- Instruções do Catálogo Perkin Elmer sobre o aparelho de análise elementar, CHN 2000.
- PAIVA, D. L.; LAMPMAN, G. M.; KRIZ, G. S.; VYVYAN, J. R. . *Introduction to spectroscopy.* Fifth Edition, Cengage Learning, USA, 2015.

**INTRODUÇÃO / DIRETRIZES / RECORDAÇÕES**

## **C. PROGRAMAÇÃO DAS AULAS**

# PROGRAMAÇÃO DAS AULAS

- 
- **01ª Aula** - Introdução / Diretrizes / Recordações (Aula Teórica)
- **02ª Aula** - Preparo de Amostras (Aula Teórica)
- **03ª Aula** - Métodos Eletroanalíticos (Aula Teórica)
- **04ª Aula** - Métodos Espectrométricos (Aula Teórica)
- **05ª Aula** - Medida de pH (Aula Prática)
- **06ª Aula** - Medida de Condutividade (Aula Prática)
- **07ª Aula** - Medida de UV-Vis (Aula Prática)
- **08ª Aula** - FT-IR / AE (Aula Teórica)
- **09ª Aula** - 1ª FT-IR / AE (Aula Prática)
- **10ª Aula** - 1ª Avaliação (Matéria Dada)
- **11ª Aula** - RMN/EM (Aula Teórica)
- **12ª Aula** - RMN (Aula Prática)
- **13ª Aula** - Cromatografia (Aula Teórica)
- **14ª Aula** - Absorção e Emissão Atômica (Aula Teórica)
- **15ª Aula** - 2ª Avaliação (Matéria Toda)

## PROGRAMAÇÃO DAS AULAS

- **OBSERVAÇÕES:**
- **Aulas Praticas: 25% da Média Final**
- **Avaliações: 75% da Média Final**
- **Data da Recuperação: 1<sup>a</sup> Terça Feira do Período de Recuperação.**



# **ANÁLISE INSTRUMENTAL**

## **D. INTRODUÇÃO / DIRETRIZES / RECORDAÇÕES**

## **INTRODUÇÃO / DIRETRIZES / RECORDAÇÕES**

- **1. TÉCNICAS, MÉTODOS, PROCEDIMENTOS E PROTOCOLOS**
- **2. PRINCIPAIS MÉTODOS E TIPOS DE ANÁLISES**
- **3. EXPRESSAR A CONCENTRAÇÃO**
- **4. APLICAÇÕES DA ANÁLISE INSTRUMENTAL**
- **5. IMPORTÂNCIA DA ANÁLISE INSTRUMENTAL**
- **6. TERMOS COMUNS**
- **7. MÉTODOS ANALÍTICOS QUANTITATIVOS**
- **8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE**

# **INTRODUÇÃO / DIRETRIZES / RECORDAÇÕES**

## **1. TÉCNICAS, MÉTODOS, PROCEDIMENTOS E PROTOCOLOS (DIFERENÇAS ENTRE)**

## 1. TÉCNICAS, MÉTODOS, PROCEDIMENTOS E PROTOCOLOS

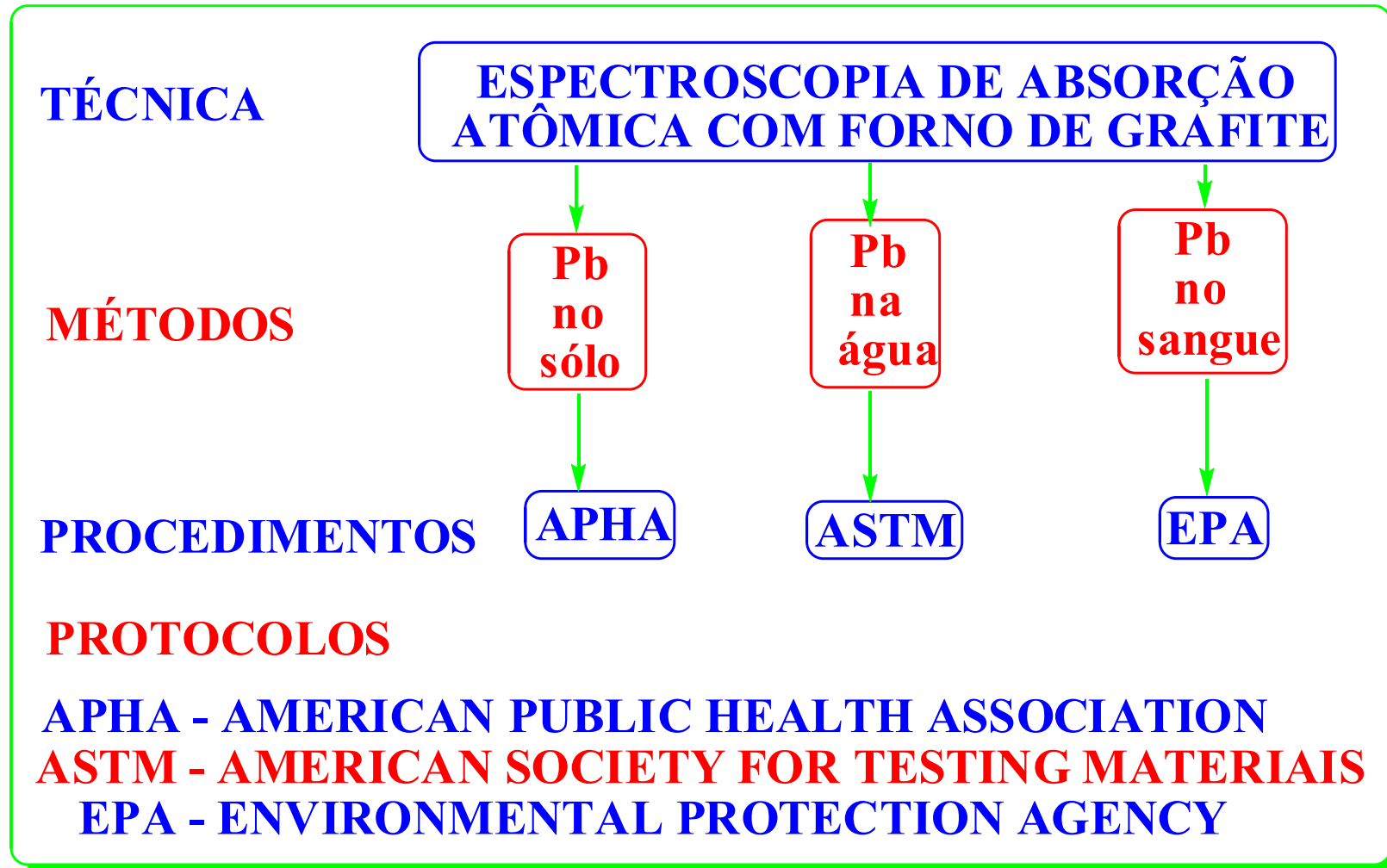
- **TÉCNICAS:** è um princípio químico ou físico que pode ser usado para análise de uma amostra.
  - **Exemplos:** Espectrometria (Absorção), Tíbulometria.
- **MÉTODO:** é a aplicação de uma técnica para determinação de um analito específico em uma matriz específica.
  - **Exemplo:** Determinação de teor de **vitamina C** em suplementos vitamínicos por **tíbulometria de óxido-redução**.

## 1.TÉCNICAS, MÉTODOS, PROCEDIMENTOS E PROTOCOLOS

- **PROCEDIMENTO:** é um conjunto de diretivas escritas, que detalham como aplicar um método para uma amostra particular, incluindo informações sobre amostragem adequada, eliminação de interferências e validação dos resultados.
  - **Exemplo:** determinação de vitamina C segundo o procedimento do Instituto Adolfo Lutz.
- **PROTOCOLO:** é um conjunto de orientações escritas, que detalham um procedimento que deve ser seguido para aceitação da análise pelo organismo oficial que estabeleceu o protocolo.
  - **Exemplo:** determinação de um medicamento segundo procedimento da farmacopéia brasileira.

# 1. TÉCNICAS, MÉTODOS, PROCEDIMENTOS E PROTOCOLOS

- **EXEMPLOS:**



**INTRODUÇÃO / DIRETRIZES / RECORDAÇÕES**

## **2. PRINCIPAIS MÉTODOS E TIPOS DE ANÁLISES**

## 2. PRINCIPAIS MÉTODOS E TIPOS DE ANÁLISES

- | <b>Método</b>   | <b>Análise</b>              |
|-----------------|-----------------------------|
| <b>Clássico</b> |                             |
| •               | -Gravimetria                |
| •               | -Volumetria                 |
| <b>Ópticos</b>  |                             |
| •               | -Espectroscopia de Emissão  |
| •               | -Espectroscopia de Absorção |
| •               | -Turbidimetria              |
| •               | -Nefelometria               |
| •               | -Polarimetria               |
| •               | -Refratometria              |



## 2. PRINCIPAIS MÉTODOS E TIPOS DE ANÁLISES

- **Método**

**Análise**

- **Eletroanalíticos**

- Condutimetria

- Potenciometria

- Amperometria

- Coulometria

- Polarografia

## 2. PRINCIPAIS MÉTODOS E TIPOS DE ANÁLISES

- | <b>Método</b>           | <b>Análise</b>                             |
|-------------------------|--|
| • <b>Outros</b>         |  |
| • <b>(Sofisticados)</b> |  |
| •                       | -Ressonância Magnética Nuclear (RMN)       |
| •                       | -Espectrometria de Massa (MS)              |
| •                       | -Cromatografia a gás (CG)                  |
| •                       | -Cromatografia Líquida (HPLC) (CLAE)       |
| •                       | -Cromatografia Líquida (CI)                |
| •                       | -Cromatografia Líquida (GPC)               |
| •                       | -Condutividade Térmica (TG) (TGA) (DSC)    |
| •                       | -Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) |
| •                       | -Microscopia de Força Atômica (MFA)        |
| •                       | -Raio-X                                    |
| •                       | -Análise Elementar (AE)                    |
| •                       | -Infravermelho (FT-IR)                     |
| •                       | -Entre Outros                              |

# **INTRODUÇÃO / DIRETRIZES / RECORDAÇÕES**

## **3. EXPRESSAR A CONCENTRAÇÃO**

### 3. EXPRESSAR A CONCENTRAÇÃO

- **Molaridade (M)** = mols do soluto / litro de solução
- **Normalidade (N)** = equivalente de soluto / litro de solução
- **Massa % (M%)** = relação de massa x 100% = massa do soluto / massa da solução 100%
- **Parte por Milhões (ppm)** = relação de massa x  $10^6$  = massa da soluto / massa da solução x  $10^6$
- **Massa por volume (mg/L)** = Massa do soluto / litro de solução
- **Molalidade (m)** = mols do soluto / massa do solvente
- **Fração Molar (X)** = mols do soluto / mols total

### 3. EXPRESSAR A CONCENTRAÇÃO

- **% peso (%m / %m):** massa de A / massa da amostra
- **% volume (%v / %v):** volume de A / volume da amostra
- **% peso/volume (%m / %v):** massa de A / volume da amostra.
  
- ppm ( parte por milhão) – mg/L
- ppb (parte por bilhão) -  $\mu\text{g/L}$
- ppt (parte por trilhão) - ng/L

### 3. EXPRESSAR A CONCENTRAÇÃO

- **Exemplo:** Ao dizer que em uma solução há **75 ppm de KI** (iodeto de potássio), é o mesmo que dizer que em uma solução qualquer de **1 kg em massa há 75 mg de KI diluída nela.**
- **Exemplo:** você pode ter também ppb, que significa **1 parte do soluto / 1 000 000 000 partes da solução.**

### 3. EXPRESSAR A CONCENTRAÇÃO (ppm)

- ppm↔kg/L                    1 kg/L = 1000000 ppm
- ppm↔g/L                    1 g/L = 1000 ppm
- ppm↔kg/m<sup>3</sup>                1 kg/m<sup>3</sup> = 1000 ppm
- ppm↔g/m<sup>3</sup>                1 ppm = 1 g/m<sup>3</sup>
- ppm↔mg/m<sup>3</sup>               1 ppm = 1000 mg/m<sup>3</sup>
- ppm↔g/cm<sup>3</sup>               1 g/cm<sup>3</sup> = 1000000 ppm
- ppm↔mg/L                1 ppm = 1 mg/L
- ppm↔mg/mL               1 mg/mL = 1000 ppm
- ppm↔mg/tsp               1 mg/tsp = 5000 ppm
- ppm↔ug/uL                1 ug/uL = 1000000 ppm
- ppm↔pg/uL                1 ppm = 1000 pg/uL
- ppm↔ng/uL                1 ppm = 1 ng/uL
- ppm↔pg/mL                1 ppm = 1000000 pg/mL
- ppm↔pg/dL                1 ppm = 100000 pg/dL
- ppm↔ug/mL                1 ppm = 1 ug/mL
- ppm↔ug/dL                1 ppm = 100 ug/dL
- ppm↔ug/L                 1 ppm = 1000 ug/L

### 3. EXPRESSAR A CONCENTRAÇÃO (ppm)

- ppm↔ng/dL 1 ppm = 100000 ng/dL
- ppm↔ng/ml 1 ppm = 1000 ng/ml
- ppm↔g/dL 1 g/dL = 10000 ppm
- ppm↔mg/dL 1 mg/dL = 10 ppm
- ppm↔lb/yd<sup>3</sup> 1 lb/yd<sup>3</sup> = 593.27642110147 ppm
- ppm↔lb/gal (UK) 1 lb/gal (UK) = 99776.397913856 ppm
- ppm↔lb/ft<sup>3</sup> 1 lb/ft<sup>3</sup> = 16018.46336974 ppm
- ppm↔lb/gal (US) 1 lb/gal (US) = 119826.42730074 ppm
- ppm↔oz/in<sup>3</sup> 1 oz/in<sup>3</sup> = 1729994.0439319 ppm
- ppm↔oz/ft<sup>3</sup> 1 oz/ft<sup>3</sup> = 1001.1539606087 ppm
- ppm↔oz/yd<sup>3</sup> 1 oz/yd<sup>3</sup> = 37.079776318842 ppm
- ppm↔ton/yd<sup>3</sup> 1 ton/yd<sup>3</sup> = 1307873.3978551 ppm
- ppm↔lbs/in<sup>3</sup> 1 lbs/in<sup>3</sup> = 27679904.70291 ppm
- ppm↔per 1 per = 10000 ppm
- ppm↔ppb 1 ppm = 1000 ppb
- ppm↔ppt 1 ppm = 1000000000 ppt
- ppm↔slug/ft<sup>3</sup> 1 slug/ft<sup>3</sup> = 515378.81852553 ppm



### 3. EXPRESSAR A CONCENTRAÇÃO (mg/L)

- mg/L ↔ kg/L                      1 kg/L = 1000000 mg/L
- mg/L ↔ g/L                      1 g/L = 1000 mg/L
- mg/L ↔ kg/m<sup>3</sup>                    1 kg/m<sup>3</sup> = 1000 mg/L
- mg/L ↔ g/m<sup>3</sup>                    1 mg/L = 1 g/m<sup>3</sup>
- mg/L ↔ mg/m<sup>3</sup>                   1 mg/L = 1000 mg/m<sup>3</sup>
- mg/L ↔ g/cm<sup>3</sup>                   1 g/cm<sup>3</sup> = 1000000 mg/L
- mg/L ↔ mg/mL                   1 mg/mL = 1000 mg/L
- mg/L ↔ mg/tsp                   1 mg/tsp = 5000 mg/L
- mg/L ↔ ug/uL                   1 ug/uL = 1000000 mg/L
- mg/L ↔ pg/uL                   1 mg/L = 1000 pg/uL
- mg/L ↔ ng/uL                   1 mg/L = 1 ng/uL
- mg/L ↔ pg/mL                   1 mg/L = 1000000 pg/mL
- mg/L ↔ pg/dL                   1 mg/L = 100000 pg/dL
- mg/L ↔ ug/mL                   1 mg/L = 1 ug/mL
- mg/L ↔ ug/dL                   1 mg/L = 100 ug/dL
- mg/L ↔ ug/L                    1 mg/L = 1000 ug/L
- mg/L ↔ ng/L                    1 mg/L = 1000000 ng/L

### 3. EXPRESSAR A CONCENTRAÇÃO (mg/L)

- mg/L ↔ ng/ml      1 mg/L = 1000 ng/ml
- mg/L ↔ g/dL      1 g/dL = 10000 mg/L
- mg/L ↔ mg/dL      1 mg/dL = 10 mg/L
- mg/L ↔ lb/yd<sup>3</sup>      1 lb/yd<sup>3</sup> = 593.27642110147 mg/L
- mg/L ↔ lb/gal (UK)      1 lb/gal (UK) = 99776.397913856 mg/L
- mg/L ↔ lb/ft<sup>3</sup>      1 lb/ft<sup>3</sup> = 16018.46336974 mg/L
- mg/L ↔ lb/gal (US)      1 lb/gal (US) = 119826.42730074 mg/L
- mg/L ↔ oz/in<sup>3</sup>      1 oz/in<sup>3</sup> = 1729994.0439319 mg/L
- mg/L ↔ oz/ft<sup>3</sup>      1 oz/ft<sup>3</sup> = 1001.1539606087 mg/L
- mg/L ↔ oz/yd<sup>3</sup>      1 oz/yd<sup>3</sup> = 37.079776318842 mg/L
- mg/L ↔ ton/yd<sup>3</sup>      1 ton/yd<sup>3</sup> = 1307873.3978551 mg/L
- mg/L ↔ lbs/in<sup>3</sup>      1 lbs/in<sup>3</sup> = 27679904.70291 mg/L
- mg/L ↔ per      1 per = 10000 mg/L
- mg/L ↔ ppm      1 mg/L = 1 ppm
- mg/L ↔ ppb      1 mg/L = 1000 ppb
- mg/L ↔ ppt      1 mg/L = 1000000000 ppt
- mg/L ↔ slug/ft<sup>3</sup>      1 slug/ft<sup>3</sup> = 515378.81852553 mg/L

# **INTRODUÇÃO / DIRETRIZES / RECORDAÇÕES**

## **4. APLICAÇÕES DA ANÁLISE**

### **INSTRUMENTAL**

## . APLICAÇÕES DA ANÁLISE INSTRUMENTAL

- Determinação da composição, pureza e qualidade: matéria prima até o produto acabado
- Controlar e otimizar processos industriais
- Controlar impurezas e subprodutos
- Assegurar a conformidade com a legislação quanto a composição máxima e mínima
- Monitorar e proteger o meio ambiente: local de trabalho, residência e natureza
- Quantificar e Qualificar

**INTRODUÇÃO / DIRETRIZES / RECORDAÇÕES**

## **5. IMPORTÂNCIA**

**DA**

**ANÁLISE INSTRUMENTAL**

## 5. IMPORTÂNCIA DA ANÁLISE INSTRUMENTAL

- **QUÍMICA:** Química Orgânica; Química Inorgânica; Físico-Química; Polímeros.
- **CIÊNCIA DO MEIO AMBIENTE:** Ecologia; Meteorologia; Oceanografia.
- **AGRICULTURA:** Agronomia; Ciências dos Animais; Ciência da Alimentação; Horticultura; Ciências dos Solos.
- **GEOLOGIA:** Geofísica; Geoquímica; Paleontologia; Paleobiologia.
- **BIOLOGIA:** Botânica; Genética; Microbiologia; Biologia Molecular; Zoologia.
- **FÍSICA:** Astrofísica; Astronomia; Biofísica.

## 5. IMPORTÂNCIA DA ANÁLISE INSTRUMENTAL

- **ENGENHARIA:** Eng. Química; Eng, Civil; Eng. Elétrica; Eng. Mecânica; Eng. Materiais; Eng. Bioquímica.
- **MEDICINA:** Química Clínica; Química Medicinal; Toxicologia.
- **FARMÁCIA:** Análise clínicas; Hematologia; medicamentos.
- **CIÊNCIAS SOCIAIS:** Forense; Arqueologia; Antropologia.
- **CÍENCIAS DOS MATERIAIS:** Metalurgia; Polímeros.

## 5. IMPORTÂNCIA DA ANÁLISE INSTRUMENTAL

- **ADENDO:** A natureza interdisciplinar da **ANÁLISE INSTRUMENTAL** a torna uma ferramenta vital em laboratórios industriais, médicos, governamentais e acadêmicos, entre outros.



# **INTRODUÇÃO / DIRETRIZES / RECORDAÇÕES**

## **6. TERMOS COMUNS**

## 6. TERMOS COMUNS

- **Análise qualitativa** revela a *identidade* dos elementos e compostos de uma amostra.
- **Análise quantitativa** indica a *quantidade* de cada substância presente em uma amostra.
- **Analitos** são os componentes de uma amostra a ser determinados.

**INTRODUÇÃO / DIRETRIZES / RECORDAÇÕES**

## **7. MÉTODOS ANALÍTICOS**

### **QUANTITATIVOS**

## 7. MÉTODOS ANALÍTICOS QUANTITATIVOS

- **Calculamos os resultados de uma análise quantitativa típica, a partir de duas medidas.**
  - **Uma delas é a massa ou o volume de uma amostra que está sendo analisada.**
  - **A outra é a medida de alguma grandeza que é proporcional à quantidade do analito presente na amostra, como massa, volume, intensidade de luz ou carga elétrica.**
  - **Geralmente essa segunda medida completa a análise, e classificamos os métodos analíticos de acordo com a natureza dessa medida final.**

## 7. MÉTODOS ANALÍTICOS QUANTITATIVOS

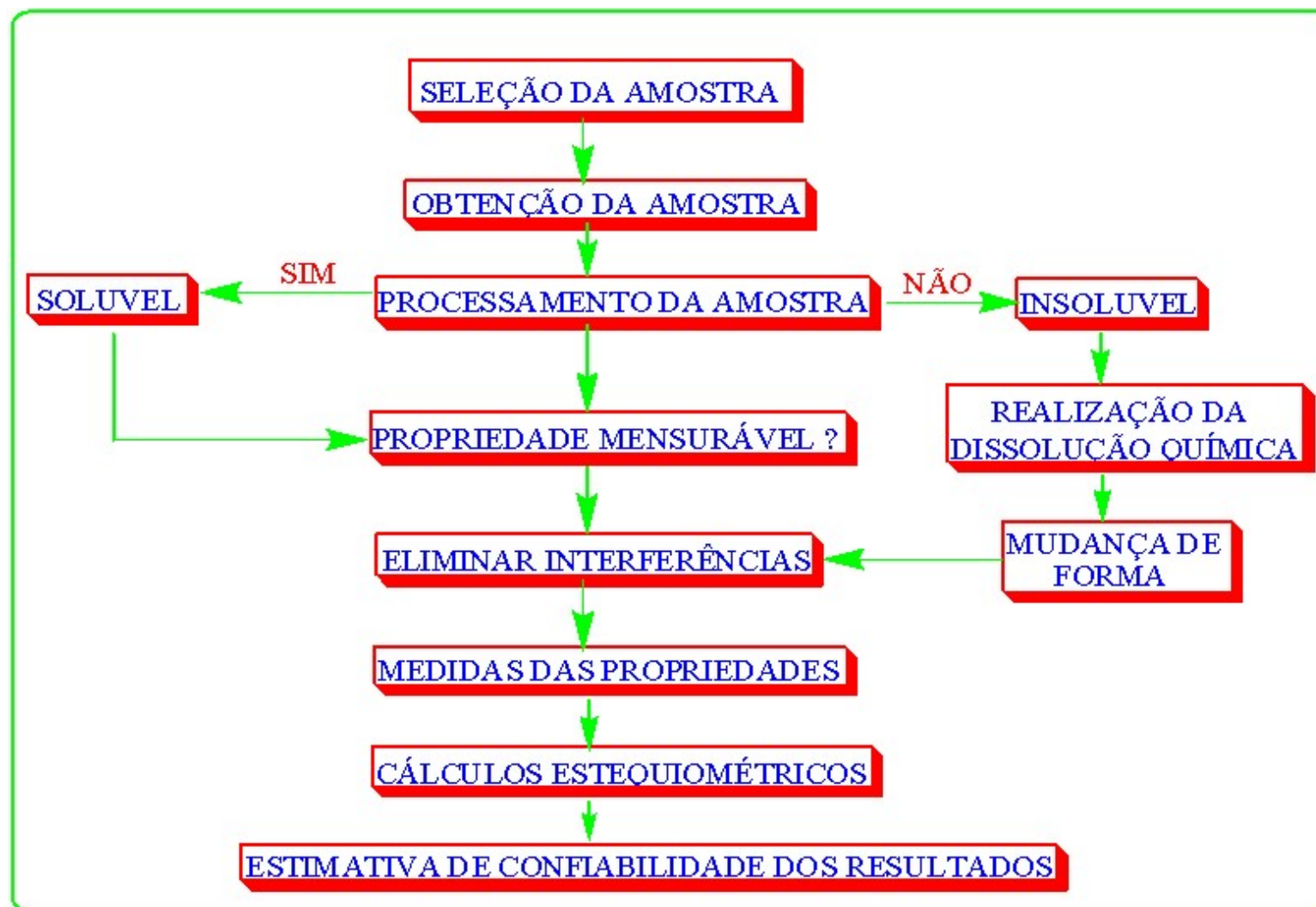
- Os **métodos gravimétricos** determinam a massa do analito ou de algum composto quimicamente a ele relacionado.
- Em um **método volumétrico**, mede-se o volume da solução contendo reagente em quantidade suficiente para reagir com todo analito presente.
- Os **métodos eletroanalíticos** envolvem a medida de alguma propriedade elétrica, como o potencial, corrente, resistência e quantidade de carga elétrica.

## 7. MÉTODOS ANALÍTICOS QUANTITATIVOS

- Os **métodos espectroscópicos** baseiam-se na medida da interação entre a radiação eletromagnética e os átomos ou as moléculas do analito, ou ainda a produção de radiação pelo analito.
- Finalmente, um **grupo de métodos variados** inclui a medida de grandezas, como razão massa-carga de moléculas por espectrometria de massas, velocidade de decaimento radiativo, calor de reação, condutividade térmica de amostras, atividade óptica e índice de refração.

# 7. MÉTODOS ANALÍTICOS QUANTITATIVOS

- Fluxograma de uma análise.



## 7. MÉTODOS ANALÍTICOS QUANTITATIVOS

- **UMA ANÁLISE QUANTITATIVA TÍPICA**
- Uma análise quantitativa típica envolve uma seqüência de etapas, mostrada no fluxograma.
- Em alguns casos, uma ou mais dessas etapas podem ser omitidas.
- Por exemplo, se a amostra for líquida, podemos evitar a etapa de dissolução.
- Ou pode ser acrescentada outras etapas.
- Estão apresentadas no fluxograma as principais etapas de uma análise quantitativa.



# 7. MÉTODOS ANALÍTICOS QUANTITATIVOS

- **ESCOLHA DO MÉTODO**
- A primeira etapa de uma análise quantitativa algumas vezes a escolha é difícil e requer experiência, assim como intuição.
- Uma das primeiras questões a ser considerada no processo de seleção é o nível de exatidão requerido.
- Infelizmente, a alta confiabilidade quase sempre requer grande investimento de tempo. Geralmente, o método selecionado representa um compromisso entre a exatidão requerida e o tempo e recursos disponíveis para a análise.

## 7. MÉTODOS ANALÍTICOS QUANTITATIVOS

- **ESCOLHA DO MÉTODO:**
- Uma **segunda consideração** relacionada com o fator econômico é o número de amostras que serão analisadas. Se existem muitas amostras, podemos nos dar o direito de gastar um tempo considerável em operações preliminares, como montando e calibrando instrumentos e equipamentos e preparando soluções padrão.
- **Se temos apenas uma única amostra, ou algumas poucas amostras, pode ser mais apropriado selecionar um procedimento que dispense ou minimize as etapas preliminares.**
- Finalmente, a complexidade e o número de componentes presentes da amostra sempre influenciam, de certa forma, a escolha do método.

# **INTRODUÇÃO / DIRETRIZES / RECORDAÇÕES**

## **8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA**

### **ANÁLISE**

## **8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE**

- **8.1. Seleção do Método**
- **8.2. Amostragem (outra Aula)**
- **8.3. Tratamento da Amostra**
- **8.4. Medida Analítica**
- **8.5. Relatório e Resultados**

## 8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

- **8.1. Seleção do Método**

- Deve ser preciso, exato, sensível, seletivo e robusto.
- Analista deve conhecer os detalhes práticos e seus princípios teóricos
- Custo *versus* número de amostra
- Complexidade da amostra e a quantidade de analito presente na amostra

## 8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

- 8.1. Seleção do Método (Cont.)
- Os métodos podem ser encontrados em livros, manuais e artigos científicos
  - **AOAC** (ASSOCIATION OFFICIAL OF ANALYTICAL CHEMISTRY)
  - **IUPAC** (INTERNATIONAL UNION PURE AND APPLIED CHEMISTRY)
  - **ASTM** (AMERICAN SOCIETY OF TEST MATERIAL)
  - MANUAL DE MÉTODO DE ANÁLISE DO INSTITUTO ADOLFO LUTZ
- Standard Methods for the examination of water and wastewater
  - Acesso a base de dados on-line: [www.scielo.org](http://www.scielo.org)
  - [www.sciencedirect.com](http://www.sciencedirect.com)

## **8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE**

### **8.2. AMOSTRAGEM**

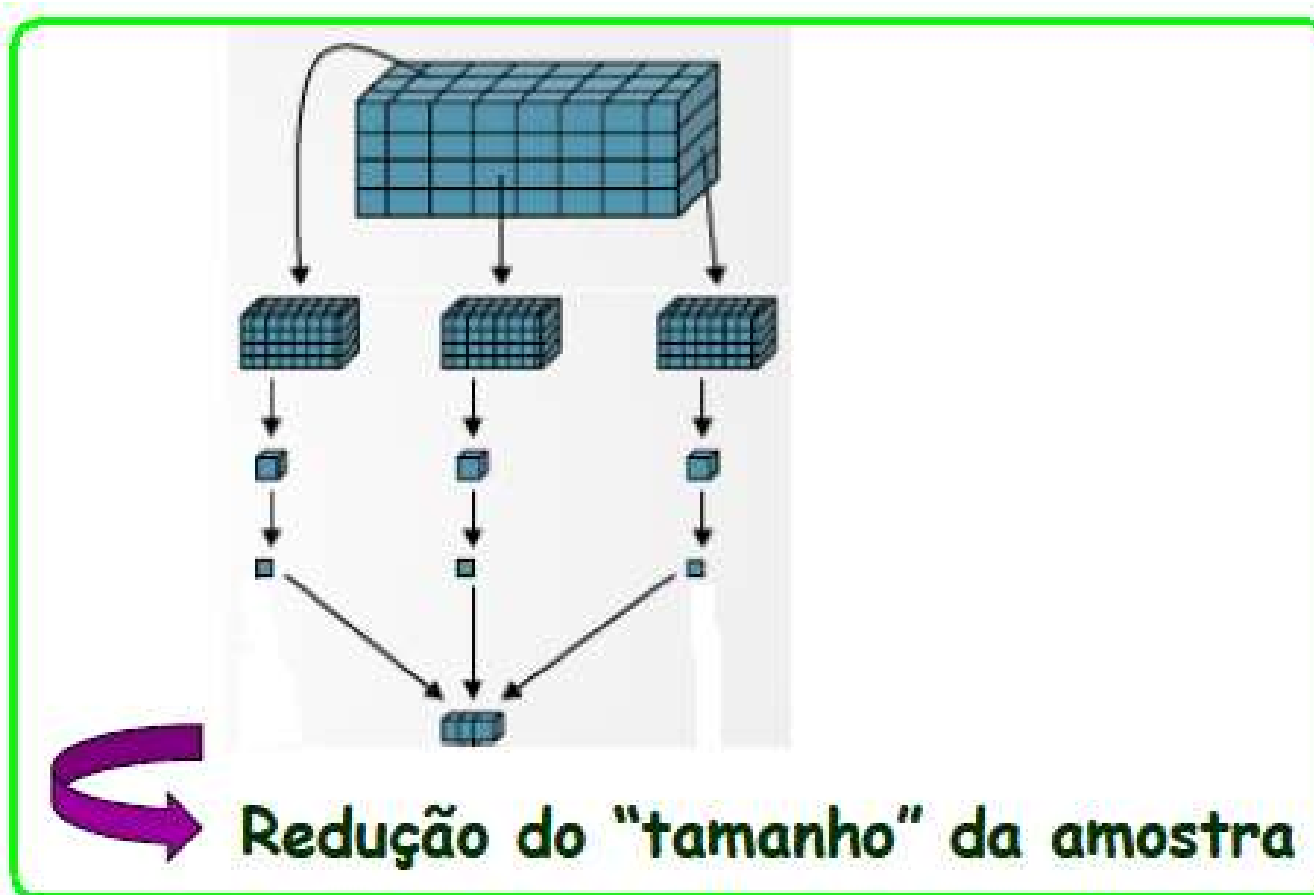
### **8.3. TRATAMENTO DA AMOSTRA**

**Slide 63 ao 88**

**(Proxima Aula- Prof. Bruno)**

## 8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

- **8.2. AMOSTRAGEM:** é a coleta de uma porção (ou alíquota) de uma amostra para realização de uma análise





## 8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

- **8.2. AMOSTRAGEM:** Deverá levar a resultados representativos e reprodutivos.
  - Na **prática** é estabelecer ou seguir um protocolo de amostragem apropriado.
  - Minimizando as incertezas relacionados a amostragem (Erros sistemáticos ou Erros de Amostragem).
  - Acondicionar as amostras adequadamente para que se mantenha íntegra até o momento da análise.

## 8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

### 8.2. Amostragem

- **Erros durante na Amostragem**
  - Contaminação
  - Oxidação
  - Alteração da Umidade
  - Perda de compostos voláteis
- **8.2.1. Tipos de Amostras**
- **Líquidas e gases**
  - **Amostras Homogêneas:** qualquer porção é representativa, deve realizar a agitação.

## 8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

- **Sólidos**

- **Material Homogêneo:** O analito apresenta-se bem distribuído por toda a amostra. Retirar pequenas porções da amostra e triturar em almofariz ou moinho.
- **Material Heteromogêneo:** analito apresenta-se não tão bem distribuído por toda a amostra, a amostra apresenta diferença quanto ao tamanho de partículas. *Retirar pequenas porções da amostra e triturar em almofariz ou moinho.*

## 8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

- **8.2. Amostragem (Cont.)**
- **8.2.1. Tipos de amostras: Amostras heterogêneas**
- Ex.: Rochas, minérios, minerais, solos e sedimentos.
- **Observações:**
  - Podem apresentar diferentes composições em porções retiradas ao acaso.
  - Cuidados com a amostragem e preparação deve ser redobrados.

## 8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

- 8.2. Amostragem (Cont.)
- 8.2.1. Tipos de amostras: Amostras heterogêneas
- Deve ser considerado que uma amostra de laboratório de 0,1g a 10g pode representar toneladas de material, exigindo cuidadosa definição de procedimento de amostragem e preparação para análise.



- OBS.: Os pontos escuros correspondem a determinados compostos e que não se distribuem de forma homogênea.

## 8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

- 8.3. Tratamento da Amostra (Preliminares) – Moagem
- **Pulverização:** Pode ser utilizado logo após a britagem.
- A amostra será colocada na granulometria desejada.
- Manualmente por meio de um **grau** e um **pestilo** (Porcelana, ágata, inox, quartzo, etc).



## 8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

- 8.3.Tratamento da amostra (Preliminares)
- **EQUIPAMENTOS UTILIZADOS – PRENSA**



## 8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

- 8.3. Tratamento da amostra (Preliminares) – moagem pulverização
- **EQUIPAMENTOS UTILIZADOS – MOINHO**  
**MOINHO DE BOLA**





## 8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

- 8.3.Tratamento da amostra (Preliminares) – moagem
- Amostras gordurosas – Ex.: alimentos (Chocolate); Tecidos biológicos; Analitos orgânicos (DNAs); analitos inorgânicos.
- Metodologia: **PULVERIZAÇÃO POR CRIOGÊNIA** (aplicável também a ossos e cabelos)
- Equipamento: Moinho criogênico (baixa temperatura N<sub>2</sub> Líquido) – moinho de bola em inox com bolas de inox.



**MOINHO CRIOGÊNICO**

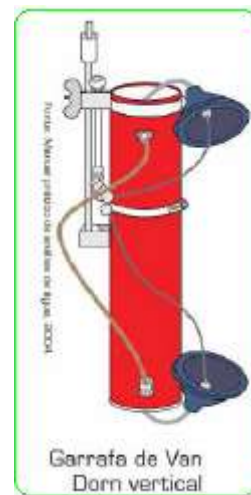
## 8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

- 8.3. Tratamento da amostra (preliminares) – moagem
- Etapa Final : Peneiração (escolha da granulometria)
- As peneiras podem apresentar granulometria em **mesh**, mm e tyler.
- Quanto menor o valor em mm maior o valor em **mesh**
- Exemplos:
- 80mesh = 0,177mm = 80tyler
- 100mesh = 0,148mm = 100tyler



## 8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

- **EXEMPLOS DE AMOSTRAGEM**
- **Água de rio ou lago (água superficial)**
  - Quantos pontos serão amostrados?
  - Cada ponto será amostrado em replicata?
  - Qual a quantidade mínima de amostra necessária para a realização das análises de laboratório?



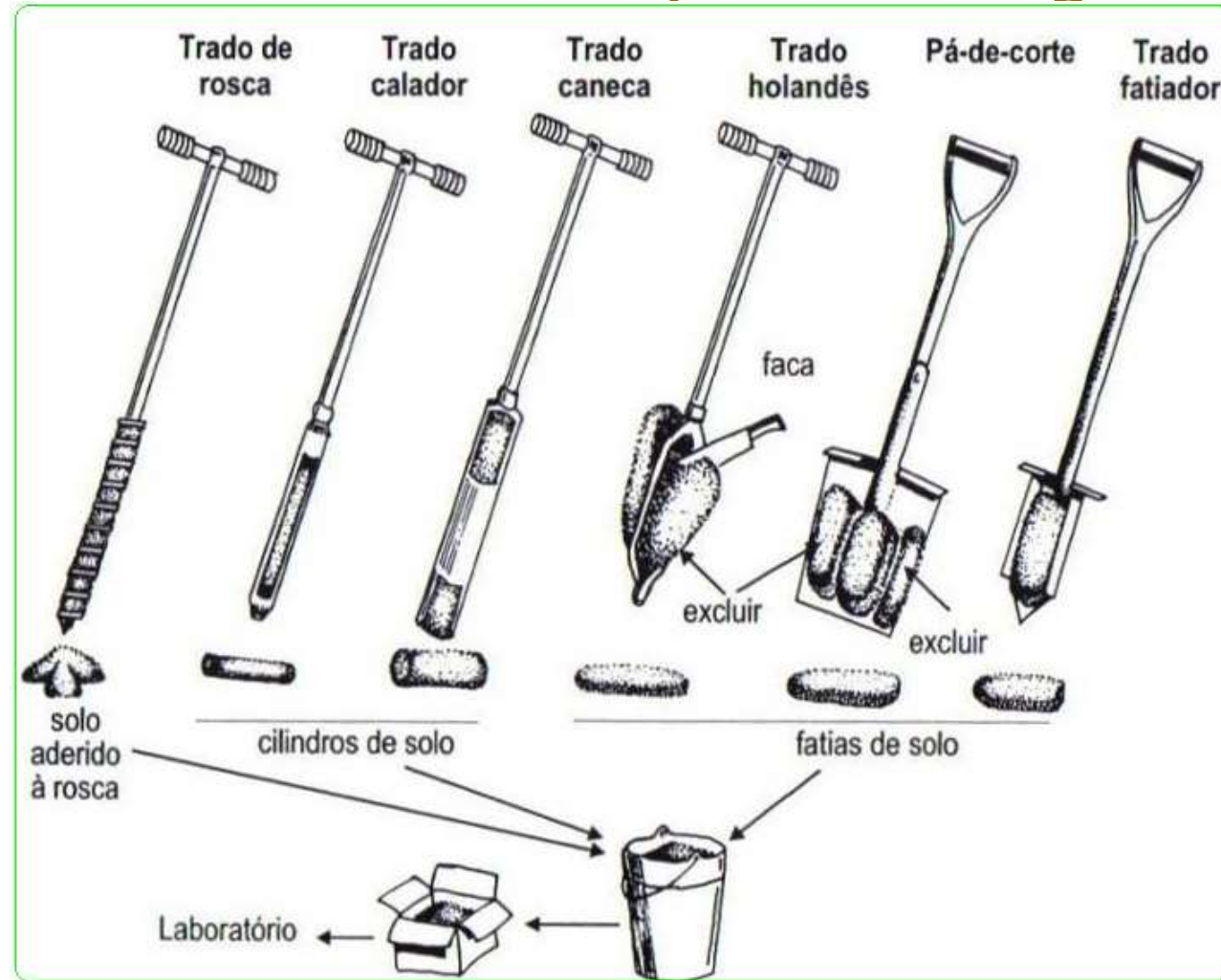
## 8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

- **EXEMPLOS DE AMOSTRAGEM**
- **Sólidos Particulados e Gases (emissões Atmosféricas)**
- **Tipos de coletas:**
- **1) Adicionar filtros que adsorva os analitos diretamente na fonte**
- **2) Utilizar uma bomba que aspire as emissões no ambiente, de modo que os analitos fiquem retidos em um filtro.**



## 8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

### 8.2.AMOSTRAGEM: Utensílios para amostragem de solo



## 8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

- EXEMPLOS DE AMOSTRAGEM



## 8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

- 8.2.AMOSTRAGEM: Acondicionamento da Amostra



## 8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

- **8.2.AMOSTRAGEM : Acondicionamento da Amostra**
- Deve evitar que processos físicos, químicos e biológicos alterem a composição da amostra.





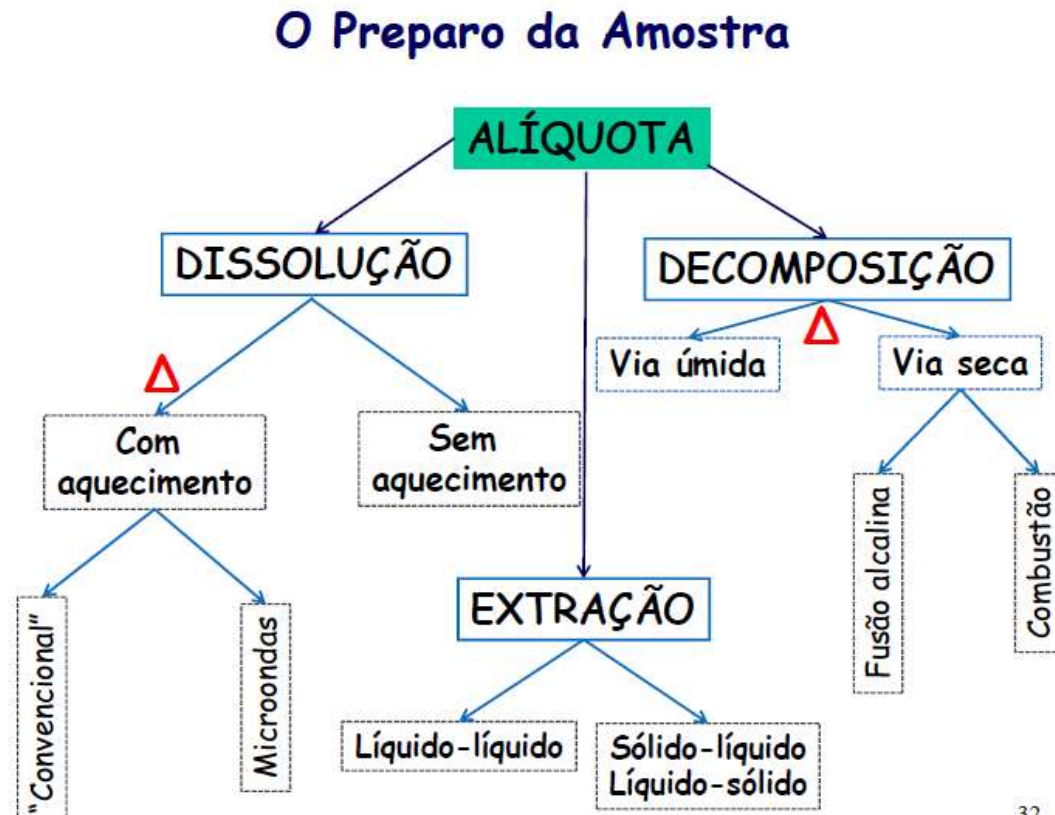
## 8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

PARAMETRO	PRESERVAÇÃO	FRASCO	VALIDADE
pH e Temperatura	-	Plástico/vidro	Immediatament ( <i>in situ</i> )
Br <sup>-</sup> , Cl <sup>-</sup> , F <sup>-</sup>	-	Plástico/vidro	Até 28 dias
Cl <sup>-</sup>	-	Plástico/vidro	Immediatament ( <i>in situ</i> )
I <sup>-</sup>	Refrigeração em 4° C	Plástico/vidro	Até 24 horas
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	Refrigeração em 4° C	Plástico/vidro	Até 48 horas
S <sup>2-</sup>	Refrigeração em 4° C Adição de ZnAc e Na OH em pH=9	Plástico/vidro	Até 7 dias
Metais dissolvidos	Filtrar <i>in situ</i> Acidificar (pH=2, com HNO <sub>3</sub> )	Plástico	6 mese
Metais totais	Acidificar (pH=2, com HNO <sub>3</sub> )	Plástico	6 meses
Cr(VI)	Refrigeração em 4° C	Plástico	24 horas
Hg	Acidificar (pH=2, com HNO <sub>3</sub> )	Plástico	28 dias
Carbono orgânico	Refrigeração em 4° C	Plástico ou vidro ambar	28 dias
PCBs	Refrigeração em 4° C	Vidro ou teflon	7 dias para extrair
DBO, DQO	Refrigeração em 4° C	Plástico/vidro	48 e 28horas (Respectivamente)

- 8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

## TRATAMENTO DA AMOSTRA

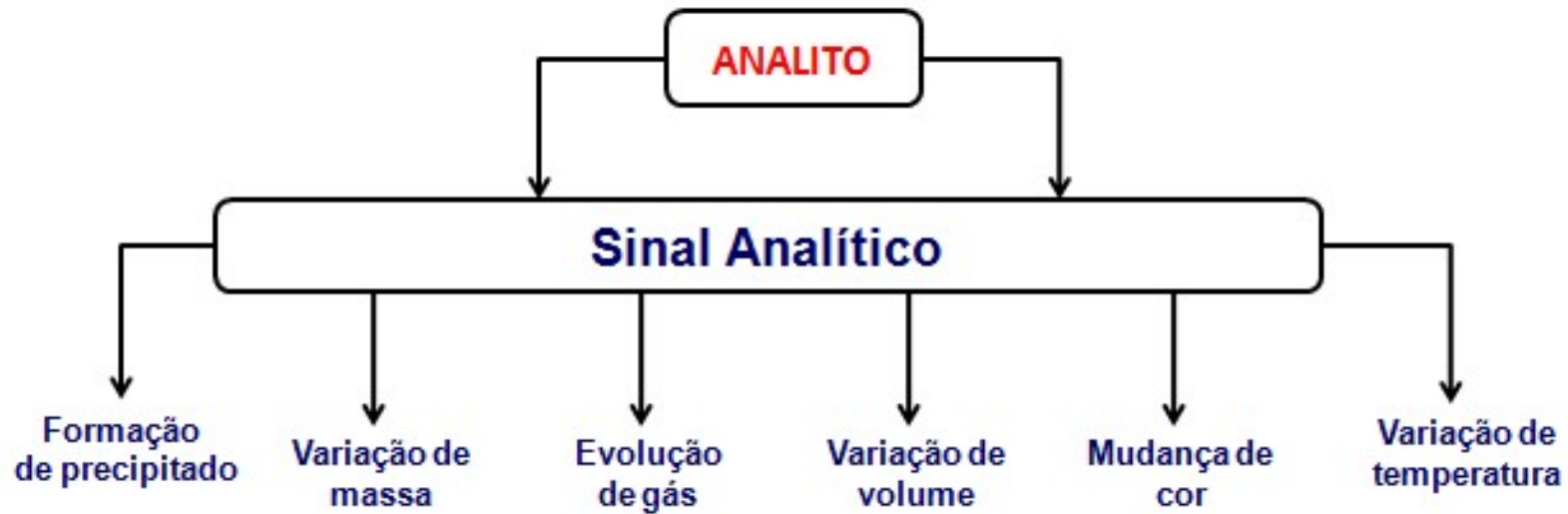
O objetivo da  
tratamento da  
amostra é tornar o  
analito disponível  
para ser medido,  
conforme o  
método analítico  
escolhido.



32

## 8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

- **TRATAMENTO DA AMOSTRA**



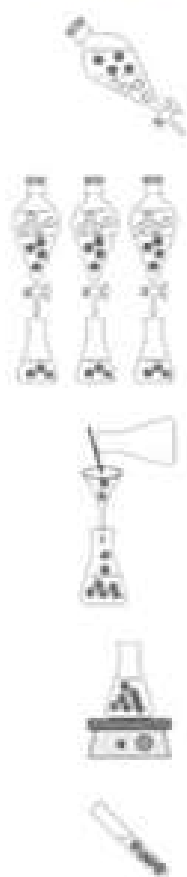
## 8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

- EQUIPAMENTO PARA DIGESTÃO DA AMOSTRA EM FRASCO ABERTO
- Formas de aquecimento (sistema aberto)

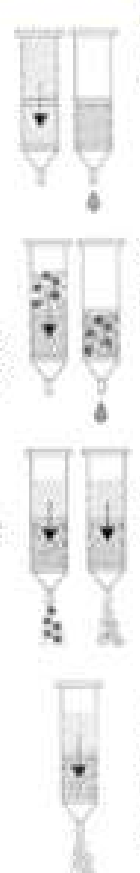


## Extração em fase sólida (SPE)

### Extração da Líquido-Líquido (LLE)

- 
1. Extração da amostra aquosa com cerca de 150ml de solvente orgânico. Agitação
  2. Separar as fases; isolar solvente orgânico. Recextrair a fase aquosa duas vezes, combinar os volumes do solvente orgânico e extrato
  3. Filtrar e secar o solvente e extrato orgânicos combinados
  4. Evaporar o solvente orgânico
  5. Reconstruir em solvente adequado

### Extração em fase sólida (SPE)

- 
1. Condicionamento da coluna (MeOH+água ou tampão)
  2. Aplicar amostra por aspiração
  3. Extração dos compostos de interesse
  4. Eluição seletiva dos compostos (50-500 microlitros de solventes)

Fonte: Extração em fase sólida (SPE); Fernando Lanças; 2004

Fonte: Extração em fase sólida (SPE), Fernando Lanças; 2004

## 8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

- EXTRAÇÃO NA FASE SÓLIDA



- **8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE**

- **ETAPA 1: EXTRAÇÃO:** Os pesticidas e analitos de interesse devem ser primeiramente extraídos da amostra de alimento. Esse processo conta com a combinação de solventes orgânicos e vários sais para separar os analitos das amostras de alimentos e transforma-los em uma camada orgânica (geralmente acetonitrila)



## 8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

- **ETAPA 2: EXTRAÇÃO DE FASE SÓLIDA DISPERSIVA**
- Uma parte da camada orgânica da etapa de extração passa por uma limpeza feita por SPE dispersiva. Essa etapa remove seletivamente as interferências indesejadas, com lípidios e pigmentos.





## **8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE**

### **8.4. MEDIDA ANALÍTICA (TIPOS DE ANÁLISE)**

## 8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

### MEDIDAS ANALÍTICAS (TIPOS DE ANÁLISES)

- **Análise elementar:** determina-se a quantidade de cada elemento na amostra, sem levar em consideração os compostos realmente presentes.
- **Análise parcial:** determina-se apenas certos constituintes da amostra.
- **Análise completa:** determina-se a proporção de cada componente da amostra.
- **Análise de constituintes - traço:** caso especial da análise parcial, na qual determina-se constituintes que estão presentes em quantidades muito pequenas.

## 8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

### MEDIDAS ANALÍTICAS (TIPOS DE ANÁLISES)

Classificação das análises químicas de acordo com o tamanho da amostra

Tipo de análise	Quantidade de amostra
Macro	$> 0,1 \text{ g}$
Meso (semimicro)	de $10^{-2}$ a $10^{-1} \text{ g}$
Micro	de $10^{-3}$ a $10^{-2} \text{ g}$
Submicro	de $10^{-4}$ a $10^{-3} \text{ g}$
Ultramicro	$< 10^{-4} \text{ g}$

## 8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

### MEDIDAS ANALÍTICAS (TIPOS DE ANÁLISES)

**Classificação das análises químicas de acordo com a proporção do constituinte**

<b>Tipo de constituinte</b>	<b>Porcentagem do constituinte</b>
Constituinte principal	1 a 100%
Microconstituinte	0,01 a 1%
Traço	$10^{-2}$ a $10^{-4}$ ppm
Microtraço	$10^{-4}$ a $10^{-7}$ ppm
Nanotraço	$10^{-7}$ a $10^{-10}$ ppm

## **8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE**

### **MEDIDAS ANALÍTICAS (TIPOS DE ANÁLISES)**

#### **Definição de réplicas das amostras**

- Realizar a análise química em réplicas
  - Triplicata ou duplicata
  - Qualidade dos resultados
  - Governo brasileiro (Anvisa) variação de até 20 % do valor declarado pelo rótulo

## 8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

### MEDIDAS ANALÍTICAS (TIPOS DE ANÁLISES)

#### PREPARO DE SOLUÇÕES: ALTERAÇÕES FÍSICAS E QUÍMICAS

- Análises químicas são realizadas com soluções das amostras.
- Solvente deve dissolver a amostra não levar a perda ou alterar o analito.
- Tratamentos com soluções aquosas de ácidos fortes, bases fortes, agentes oxidantes, agentes redutores.

## 8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

### MEDIDAS ANALÍTICAS (TIPOS DE ANÁLISES)

#### **Eliminação de interferentes**

• São compostos que impedem a determinação direta do analito e que causam erro na análise.

O método analítico deve ser específico, porém muitos métodos são seletivos para um grupo específico de íons ou moléculas.

**Eliminação de interferentes são:**  
precipitação seletiva, mascaramento, oxidação (redução) seletiva, extração com solvente, troca iônica, cromatografia e reação de derivatização

# **INTRODUÇÃO / DIRETRIZES / RECORDAÇÕES**

## **E. ANÁLISE ELEMENTAR**



# ANÁLISE ELEMENTAR

- **PLANO DE AULA**
  - **E.1. INTRODUÇÃO**
  - **E.2. ÍNDICE DE DEFICIÊNCIA DE HIDROGÊNIO (IDH)**
  - **E.3. APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR**
  - **E.4. MANUTENÇÃO E MATERIAIS**
  - **E.5. APLICAÇÕES.**
  - **E.6. BIBLIOGRAFIA**

# **ANÁLISE ELEMENTAR**

## **E.1. INTRODUÇÃO**

# INTRODUÇÃO

- **Fórmula Percentual**
- Indica a porcentagem, em massa, de cada elemento que constitui a substância
- A Lei das Proporções Constantes criada pelo químico J. L. Proust diz que “a proporção em massa das substâncias que participam de uma reação e que são produzidas nesta é constante”.
- Essa lei mostra também que os elementos que compõem uma substância pura são sempre os mesmos e eles aparecem numa proporção definida.

# INTRODUÇÃO

- **Fórmula Percentual**
- Isso significa que “cada elemento químico sempre irá constituir com uma porcentagem definida (em massa) uma dada substância”.
- A fórmula percentual indica exatamente isso, a **massa de cada elemento químico presente em 100 partes de massa de uma substância**.
- Isso quer dizer que em **100 g** de uma substância pura e ela possuir **80 g** do elemento carbono e **20 g** do elemento hidrogênio, então, podemos concluir que há **80%** de carbono e **20%** de hidrogênio, sendo a fórmula percentual dessa substância igual a **C80%H20%**.

# INTRODUÇÃO

- **Fórmula Percentual**
- É possível determinar essa composição centesimal a partir de qualquer massa da substância.
- Um exemplo mais difícil que o anterior, como uma massa maior de amostra e uma quantidade grande de elementos químicos, podem-se utilizar **dois caminhos** para se descobrir a fórmula percentual. Um caminho é **por regra de três**, o outro é usando a **seguinte fórmula**:

$$\% \text{ DE MASSA DO ELEMENTO} = \frac{\text{MASSA DO ELEMENTO NA AMOSTRA} \times 100\%}{\text{MASSA TOTAL DA AMOSTRA}}$$

# INTRODUÇÃO

- **Fórmula Percentual**
- **Exercício 1:** O ácido oxálico (etanodióico) inibe a absorção de cálcio pelo organismo e é encontrado no chocolate. Assim, a criança que toma somente achocolatado não aproveita o cálcio que o leite oferece e, em longo prazo, pode apresentar deficiência desse mineral.
- **A decomposição de 9,0g de ácido oxálico produziu: 0,2 g de hidrogênio, 2,4 g de carbono e 6,4 g de oxigênio. Determine a fórmula percentual do ácido oxálico?**

# INTRODUÇÃO

- **Fórmula Percentual**
- **Resolução do Exercício 1:**
- Para determinar as porcentagens de cada elemento na amostra, vamos primeiro pelo método que utiliza a fórmula:

- Assim, usa-se a fórmula para cada elemento:

$$\% \text{ de carbono} = 2,4\text{g}/9,0\text{g} \times 100\% = \mathbf{26,67 \%}$$

$$\% \text{ de hidrogênio} = 0,2\text{g}/9,0\text{g} \times 100\% = \mathbf{2,22\%}$$

$$\% \text{ de oxigênio} = 6,4\text{g}/9,0\text{g} \times 100\% = \mathbf{71,11\%}$$

**Assim, a fórmula centesimal pode ser**

**expressa por:  $\text{C}_{26,67\%}\text{H}_{2,22\%}\text{O}_{71,11\%}$**

## INTRODUÇÃO

- **Fórmula Percentual (Regra de três)**
- **Cont. Exercício 1:** O outro caminho que poderia ser seguido seria por regra de três, tomando uma amostra de 100 g:
- **Massa de Carbono (C)**
- 9,0g (Ac. Oxálico) = 2,4g de C
- 100 g = X
- **X = 26,67g de C em 100g de amostra ou 26,67% de C**
- **Massa de Hidrogênio (H)**
- 9,0g (Ac. Oxálico) = 0,2g de C
- 100g = X
- **X = 2,22g de H em 100g de amostra ou 2,22% de H.**



# INTRODUÇÃO

- **Fórmula Percentual (Regra de três)**
- **Cont. Exercício 1:**
- Massa de Oxigênio (O):
- 9,0g (Ac. Oxálico) = 6,4g de O
- 100g = X
- X = 71,11g de O em 100g de amostra ou 71,11% de O.
- **Obs.:**
- **Geralmente, a partir da fórmula percentual, obtêm-se as outras fórmulas químicas, como a fórmula molecular.**
- Entretanto, pode ocorrer de termos a **fórmula molecular** e, a partir dela, descobrirmos a fórmula percentual.

# INTRODUÇÃO

- **Fórmula Percentual (Através da Formula Molecular)**
- **Exercício 2:** O metano, conhecido como gás dos pântanos, é oriundo da decomposição de matéria orgânica e possui fórmula molecular igual a  $\text{CH}_4$ .
- Sabendo que a massa atômica do **carbono é igual a 12** e que a massa atômica do **hidrogênio é igual a 1**, temos que a Massa Molecular (**MM**) da molécula de metano é igual a **16**, como mostra os cálculos abaixo:

- **MM** ( $\text{CH}_4$ ):  
$$\begin{array}{r} \text{C} = 1 \times 12 = 12 \\ \text{H} = 4 \times 1 = 4 \\ \hline \text{Somando MM } (\text{CH}_4) = 16 \end{array}$$

# INTRODUÇÃO

- **Fórmula Percentual**
- **Exercício 2: (Cont.)**
- Assim, basta realizar a regra de três ou usar a fórmula dada anteriormente:
- **% de Carbono:**
- 16g = 100%
- 12g = X
- **X = 75% de C**
  
- **% de Hidrogênio:**
- 16 = 100%
- 4 g = X
- **X = 25% de H.**
- **Fórmula percentual do metano: C75%H25%.**

# **ANÁLISE ELEMENTAR**

## **E.2. ÍNDICE DE**

## **DEFICIÊNCIA DE**

## **HIDROGÊNIO**

**(IDH)**

## ÍNDICE DE DEFICIÊNCIA DE HIDROGÊNIO (IDH)

- Indica a ausência ou a presença de ligações duplas, triplas ou anéis na estrutura molecular dos compostos orgânicos, tem sido, muitas vezes, denominado de índice de insaturação (ou grau de insaturação), o que, de fato não corresponde à realidade.

## ÍNDICE DE DEFICIÊNCIA DE HIDROGÊNIO (IDH)

- Por exemplo, tanto os alcenos como os ciclo-alcenos **têm dois hidrogênios a menos** que os hidrocarbonetos acíclicos saturados de fórmula  $C_nH_{2n+2}$ .
- Porém no caso dos alcenos o número menor de hidrogênios se deve à presença de **uma ligação dupla carbono-carbono**, enquanto que nos ciclo-alcenos, o motivo é a sua **estrutura cíclica**.

## ÍNDICE DE DEFICIÊNCIA DE HIDROGÊNIO (IDH)

- Índice de Deficiência de Hidrogênio (IDH)

$$\text{IDH} = \text{C} - (\text{H}/2) + (\text{N}/2) - (\text{X}/2) + 1$$

- **C** = Nº de átomos de Carbono;
- **H** = Nº de átomos Hidrogênio
- **N** = Nº de átomos de Nitrogênio
- **X** = Nº de átomos de Halogênios

## ÍNDICE DE DEFICIÊNCIA DE HIDROGÊNIO (IDH)

- **EXERCÍCIO.1:**
- O Índice de Deficiência de Hidrogênio para a fórmula molecular  $C_8H_{11}NOCl_2$  é:?
- a) 1; b) 2; **c) 3**; d) 4; e) 5
  
- **RESPOSTA DO EXERCÍCIO 1:**
- **Sabe-se que o  $IDH = (C - M/2) + T/2 - 1$**
- **$IDH = 8 - (11/2) + (1/2) - (2/2) + 1 = 3$**
- **$IDH = 3 - 5,5 + 0,5 - 1 + 1 = 3$**
- **Alternativa c é a correta**



# **ANÁLISE ELEMENTAR**

## **E.3. APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR (FUNCIONAMENTO)**

# APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR

- A **Análise Elementar** é uma técnica para determinação das **porcentagens de carbono, hidrogênio, nitrogênio, enxofre e oxigênio** em uma amostra. Seu funcionamento é baseado no método de Pregl-Dumas, em que as amostras são sujeitas à **combustão** em uma **atmosfera de oxigênio puro**, e os gases resultantes dessa combustão são quantificados em um detector **TCD (detector de condutividade térmica)**
- Suas principais aplicações envolvem o estudo de **amostras líquidas e sólidas**, resultantes de sínteses orgânicas e formação de complexos, síntese de polímeros, amostras geológicas, ambientais e derivados de petróleo, entre outras.

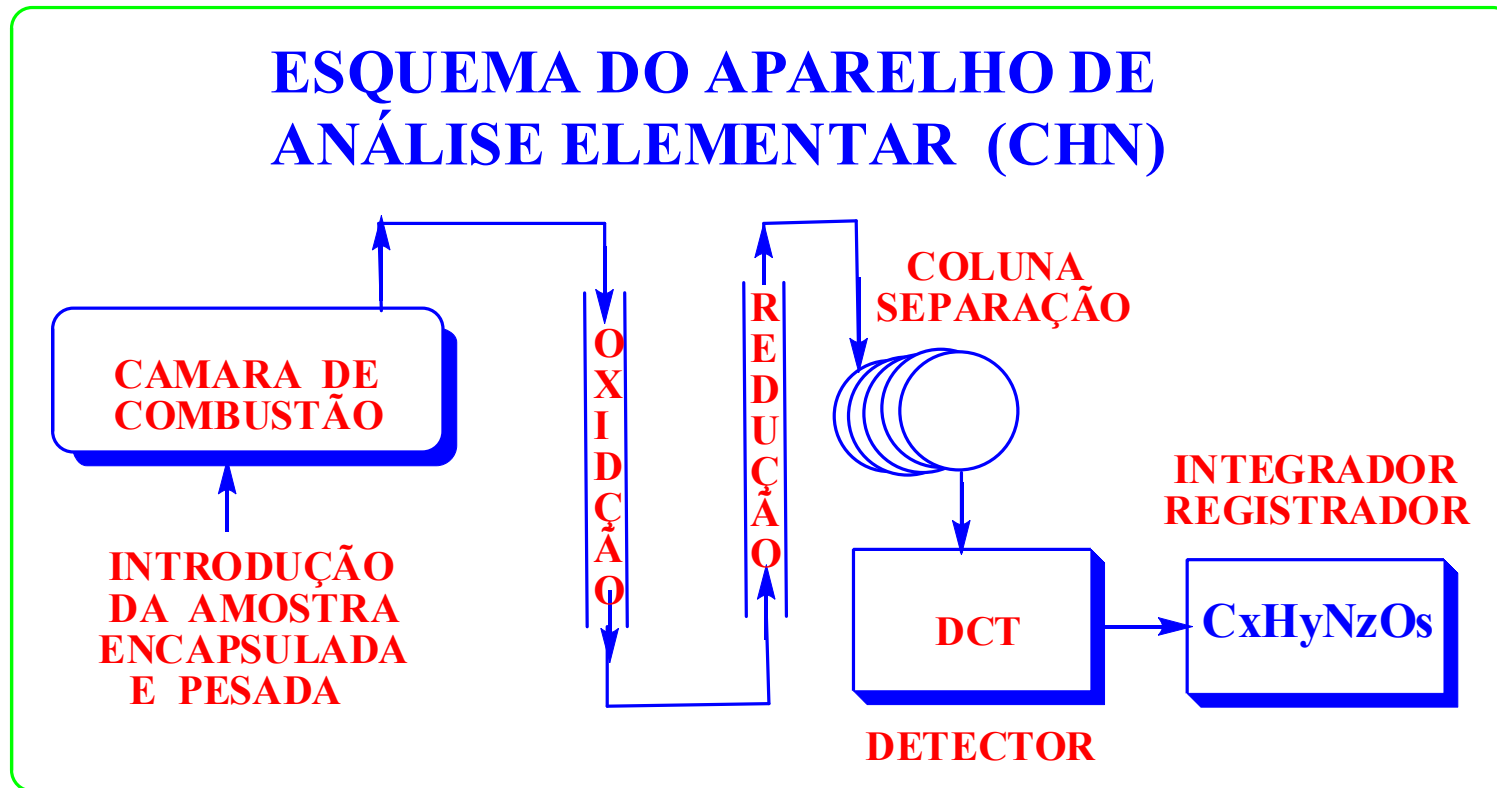
# APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR

## APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR

### PE 2400 CHNS

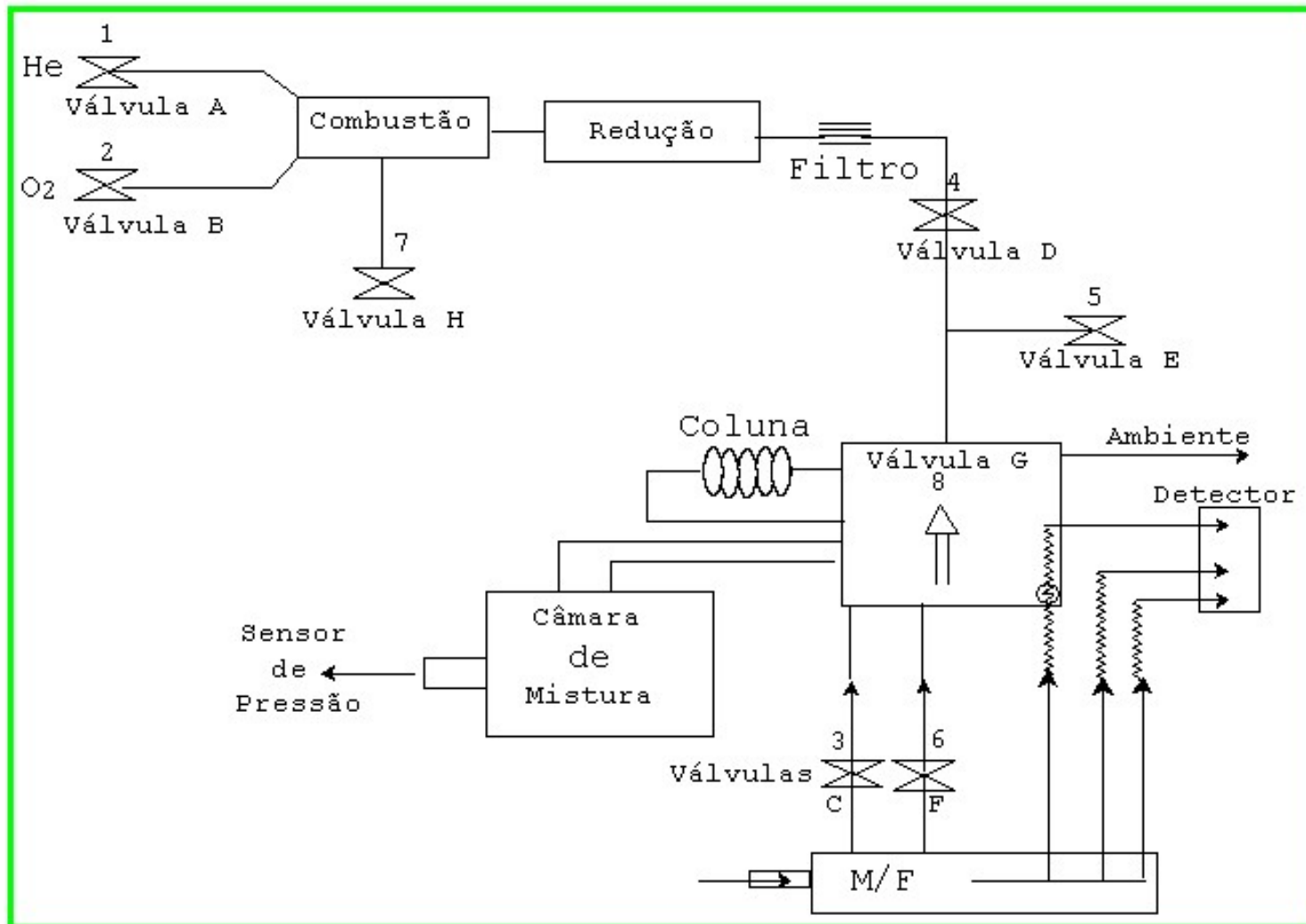


# APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR



# APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR

## ESQUEMA DE FUNCIONAMENTO DO APARELHO DE AE



# APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR

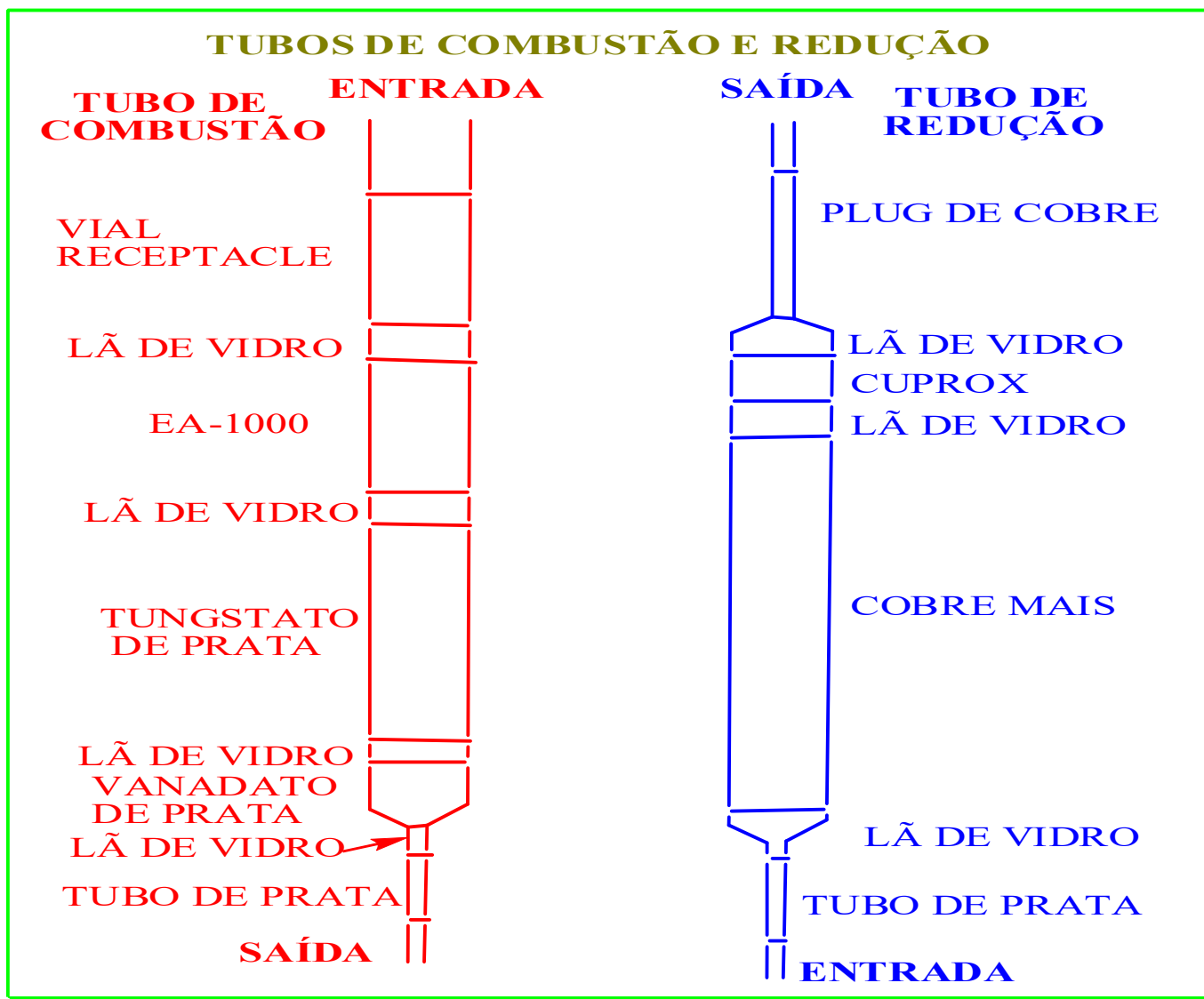
## FUNCIONAMENTO DAS VÁLVULAS

- As Válvulas : **A,B,D,E,F,H** (normalmente fechadas)
- Válvula **C** (normalmente aberta)
- Válvula **G** = Válvula **GSV**

## OBSERVAÇÕES

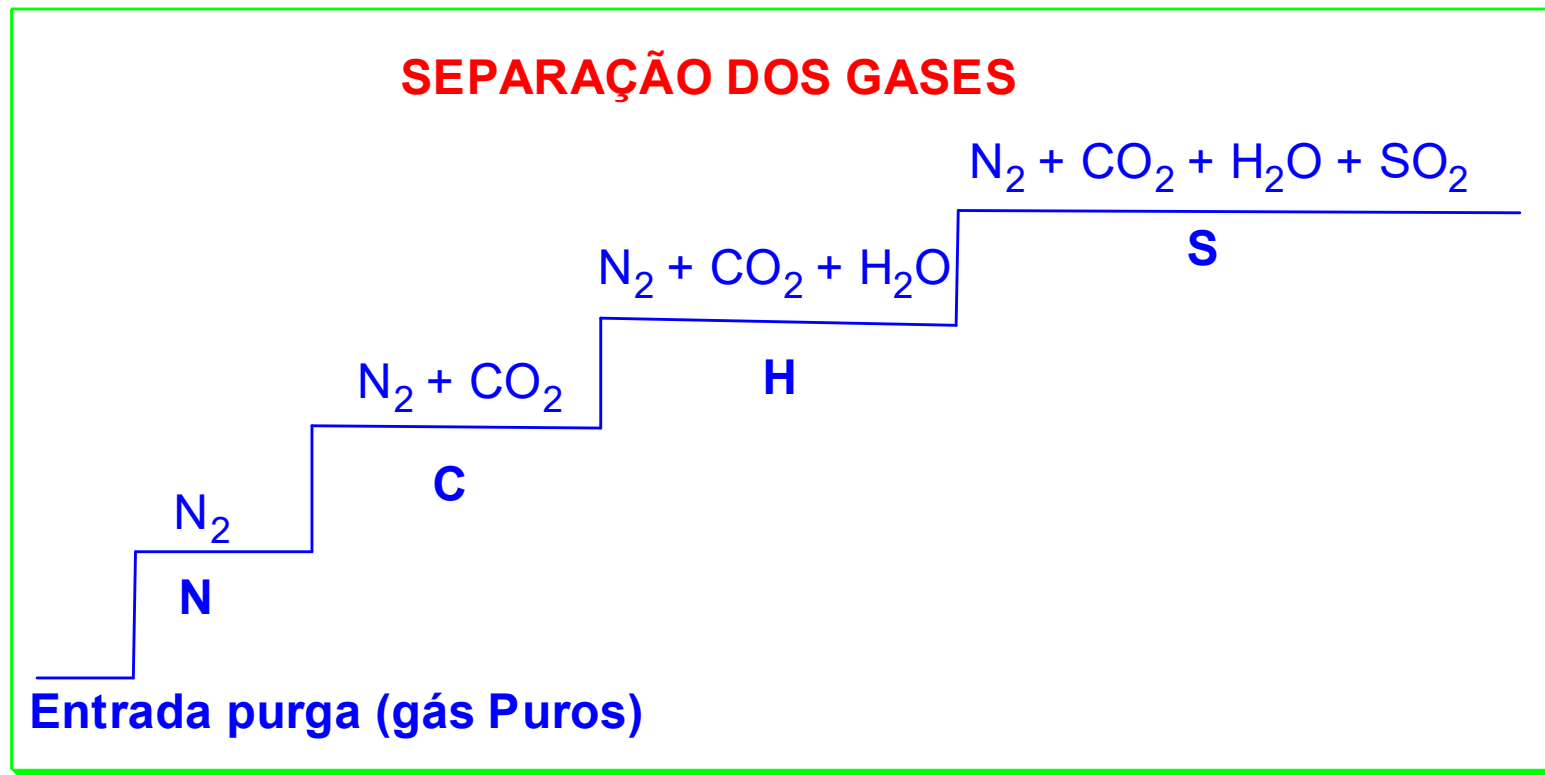
- A válvula **C** do hélio esta sempre aberta quando o aparelho esta no standby para purgar a coluna.
- Quando a válvula **GSV** esta na posição “**A**” o gás sai para o ambiente.
- Quando a válvula **GSV** esta na posição “**B**” o gás sai para a coluna e vai para o detector.
- **IMPORTANTE: Nunca aquecer o detector ligado (quente) sem passar gás hélio.**

# APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR



# APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR

- SEPARAÇÃO DOS GASES (NA COLUNA)





# APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR

- **SEPARAÇÃO DOS GASES**
- Sinal  $N_2$  = Leitura  $N_2$  – Gas de Arraste
- Sinal do C = Leitura C – Leitura do  $N_2$
- Sinal do H = Leitura H – Leitura do C
- Sinal do S = Leitura do S – Leitura do H
- O oxigênio faz por diferença

# APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR

- **CÁLCULOS**
- Descreve os métodos de cálculos usados pelo analisador elementar **PE 2400CHN** para converter medir e separar os gases (CHNS)
- Serão mostrados os cálculo utilizado para determinar o **valor do branco**, os **valores do fator K** e o **valor teórico do peso em porcentagem** para cada amostra corrida.
- O analisador elementar **PE 2400CHN** utiliza um método de **combustão** para converter os elementos medidos (CHNS) em gases simples. Os gases são então medidos como uma função de **condutividade térmica**.

# APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR

- **CÁLCULOS**
- Em primeiro lugar um padrão conhecido é analisado para calibrar o analisador em microgramas. O fator de calibração é então usado para determinar incógnitas.
- Toda a quantificação é realizada com base em porcentagem de peso, usando uma **técnica gravimétrica**.
- O sistema usa uma abordagem **cromatográfica frontal de onda estável** para separar os gases medidos. Esta abordagem separa uma mistura homogeneizada contínua de gases através de uma **coluna cromatográfica**.

## APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR

- **CÁLCULOS**

- À medida que os gases eluem, cada gás se separa como um passo de estado estacionário, com cada gás subsequente adicionado ao anterior. Conseqüentemente, cada passo torna-se a referência para o sinal subsequente (**Ver slide [120] do esquema de separação dos gases**).

# APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR

- **Cálculo do Branco**
- -As corridas em branco são realizadas através de frascos vazios colocados no analisador.
- -Valores em branco são usados para fazer a correção necessária para os cálculos dos elementos a serem determinados.
- -Também são utilizados para determinar concentrações muito baixas, ou para determinar a ausência de um elemento.

# APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR

- **Cálculo do Branco**
- -Os valores de branco que são determinados após uma corrida de amostra (uma determinação do fator K ou corrida de amostra) são usados para os cálculos. Isto é porque as corridas em branco são determinadas depois de uma corrida de amostra para **excluir qualquer memória de gás anterior.**
- -Quando você faz corrida de branco alternado com amostras, o sistema calcula os valores em branco.

## APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR

- **Cálculo do fator K**
- **O fator K, ou o fator de calibração do detector, é determinado quando um padrão conhecido é analisado para calibrar o analisador em termos de microgramas de carbono, hidrogênio, nitrogênio ou oxigênio. Este fator de calibração é usado para determinar incógnitas.**

# APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR

**(Cálculo do valor de K)**

**Pular os Slides 128 - 135**



# APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR

- **Um branco é definido como segue:**
  - **Nitrogênio Branco (NB) =**  
**Leitura do Nitrogênio – Hidrogênio zero**
  - **Carbono Branco (CB) =**  
**Leitura do Carbono - Leitura do Nitrogênio**
  - **Hidrogênio Branco (HB) =**  
**Leitura do Hidrogênio - Leitura do Carbono**

# APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR

- **Fator K do Nitrogênio (NK)**
- **Cálculo do fator K (NK) =  $\frac{[(NR - BZ) - NB] \times 100}{SW \times N M_T \text{ em } \%}$**
- **Onde:**
- **NR = Leitura do Nitrogênio**
- **BZ = Zero (Purga)**
- **NB = Nitrogênio Branco**
- **SW = Massa da Amostra ( $\mu\text{g}$ )**
- **$N M_T$  = Massa Teórica do Nitrogênio**

# APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR

- **Fator K do Carbono (NC)**
- **Fator K do Carbono =  $\frac{[(CR - NR) - CB] \times 100}{SW \times C M_T}$  em %**
- **Onde:**
  - **CR = Leitura do Carbono**
  - **NR = Leitura do Nitrogênio**
  - **CB = Carbono Branco**
  - **SW = Massa da Amostra ( $\mu\text{g}$ )**
  - **$C M_T$  = Massa Teórica do Carbono**

# APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR

- **Fator K do Hidrogênio (HK)**
- Fator K do Hidrogênio =  $\frac{[(HR - CR) - HB] \times 100}{SW \times H M_T \text{ em } \%}$
- Onde:
- HR = Leitura do Hidrogênio
- CR = Leitura do Carbono
- HB = Hidrogênio Branco
- SW = Massa da Amostra ( $\mu\text{g}$ )
- **H M<sub>T</sub> = Massa Teórica do Hidrogênio**
- **OBS: Nos cálculos acima, SW = peso da amostra do padrão analítico.**

# APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR

- **Cálculo da Amostras**

- % em peso do Nitrogênio = 
$$\frac{[(NR-BZ)-NB] \times 100}{SW \times NKF}$$

- Onde:

- NR = Leitura do Nitrogênio
- BZ = Zero (Purga)
- NB = Nitrogênio Branco
- SW = massa da Amostra ( $\mu\text{g}$ )
- NKF = Fator K do Nitrogênio

# APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR

- **Cálculo da Amostra**

- % em peso do Carbono  $\frac{[(CR-NR)-CB] \times 100}{SW \times CKF}$

- Onde:

- CR = Leitura do carbono
- NR = Leitura do Nitrogênio
- CB = Carbono Branco
- SW = massa da Amostra ( $\mu\text{g}$ )
- CKF = Fator K do Carbono

# APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR

- **Cálculo da Amostras**

- % em peso do Hidrogênio  $\frac{[(HR-CR)-HB] \times 100}{SW \times HKF}$

- Onde:

- HR = Leitura do Hidrogênio
- CR = Leitura do Carbono
- HB = Hidrogênio Branco
- SW = massa da Amostra ( $\mu\text{g}$ )
- HKF = Fator K do Hidrogênio

# **ANÁLISE ELEMENTAR**

## **E.4. MANUTENÇÃO E MATERIAIS**



# MANUTENÇÃO E MATERIAIS

## Tempo médio de vida útil dos materiais AE

- Tubo de redução 500 corridas
- Tubo de combustão 500 corridas
- Gás Nitrogênio alta pureza (7m<sup>3</sup>) 1000 corridas
- Gás Argônio alta pureza (7m<sup>3</sup>) 1000 corridas
- Gás Hidrogênio alta pureza (7m<sup>3</sup>) 1000 corridas
- Gás hélio de alta pureza (7m<sup>3</sup>) 1000 corridas
- Gás Oxigênio alta Pureza (7m<sup>3</sup>) 1000 corridas
- Coluna Cromatográfica 4000 corridas
- Detector indeterminado

# MANUTENÇÃO E MATERIAIS

## Reagentes de reposição das colunas (Comb./Red.)

- Cobre mais (+) (454g) 03 unidades
- Vanadato de Prata (40g) 03 unidades
- Tungstato de Prata (100g) 03 unidades
- Oxido de Magnésio (100g) 03 unidades
- EA-1000 (50g) 03 unidades

## Materiais para reposição

- Tubo de redução 05 unidades
- Tubo de combustão 05 unidades
- Vial receptacles 05 unidades
- Lã de vido (1Kg) 01 unidade

# MANUTENÇÃO E MATERIAIS

## Materiais para reposição

- Cápsula de alumínio (4 $\mu$ l) 2000 unidades
- Cápsula de alumínio (30 $\mu$ l) 2000 unidades
- Seringa 10 $\mu$ l 10 unidades
- Dessecador 5 unidades

## Padrões

- Ácido Benzóico (10g) 1unidades
- Acetanilida (10g) 1unidades
- Ciclohexanona (10g) 1unidades
- 2,4-dinitrofenilhidrazona (10g) 1unidades

# MANUTENÇÃO E MATERIAIS

- Equipamentos necessário para o funcionamento
- Bomba de alto vácuo  $10^{-3}$  mmHg (01 Unidade)
- Balança de precisão 5 casas após a virgula (01 Unidade)
- Estufa de secagem (01 unidade)
- Forno de microondas (01 Unidade) ou mufla
- Pinça pequena (03 Unidades)
- Tesoura (01 Unidade)
- Bequer grande (06 Unidades)
- Forma de Inox (02 Unidade)
- Forma de Plástico (04 unidades)
- Lixo para descarte de reagente (02 unidades)

# MANUTENÇÃO EMATERIAIS

- Reagentes necessário para limpeza (Unidades = litros)
- Acetona, PA (12 unidades)
- Hexano, PA (06 unidades)
- Acetato de Etila, PA (06 unidades)
- Diclorometano, PA ( 12 Unidades)
- DMF (2 unidades)
- Dimetil sufóxido ( 02 unidades)
- Alcool etilico (06 unidades)

# **ANÁLISE ELEMENTAR**

## **E.5. APLICAÇÕES**

# APLICAÇÕES

- **APLICAÇÕES**

- Em todas as amostras puras que necessitam saber sua composição química (Fórmula Mínima) e que contenham os elementos (C, H, N, S, O).

# **ANÁLISE ELEMENTAR**

## **E.6. BIBLIOGRÁFIAS**

- **(VER BIBLIOGRAFIA NA EMENTA)**



**INTRODUÇÃO / DIRETRIZES / RECORDAÇÕES**

**ATÉ A PRÓXIMA AULA**