

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/BIBLIOGRÁFIA

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

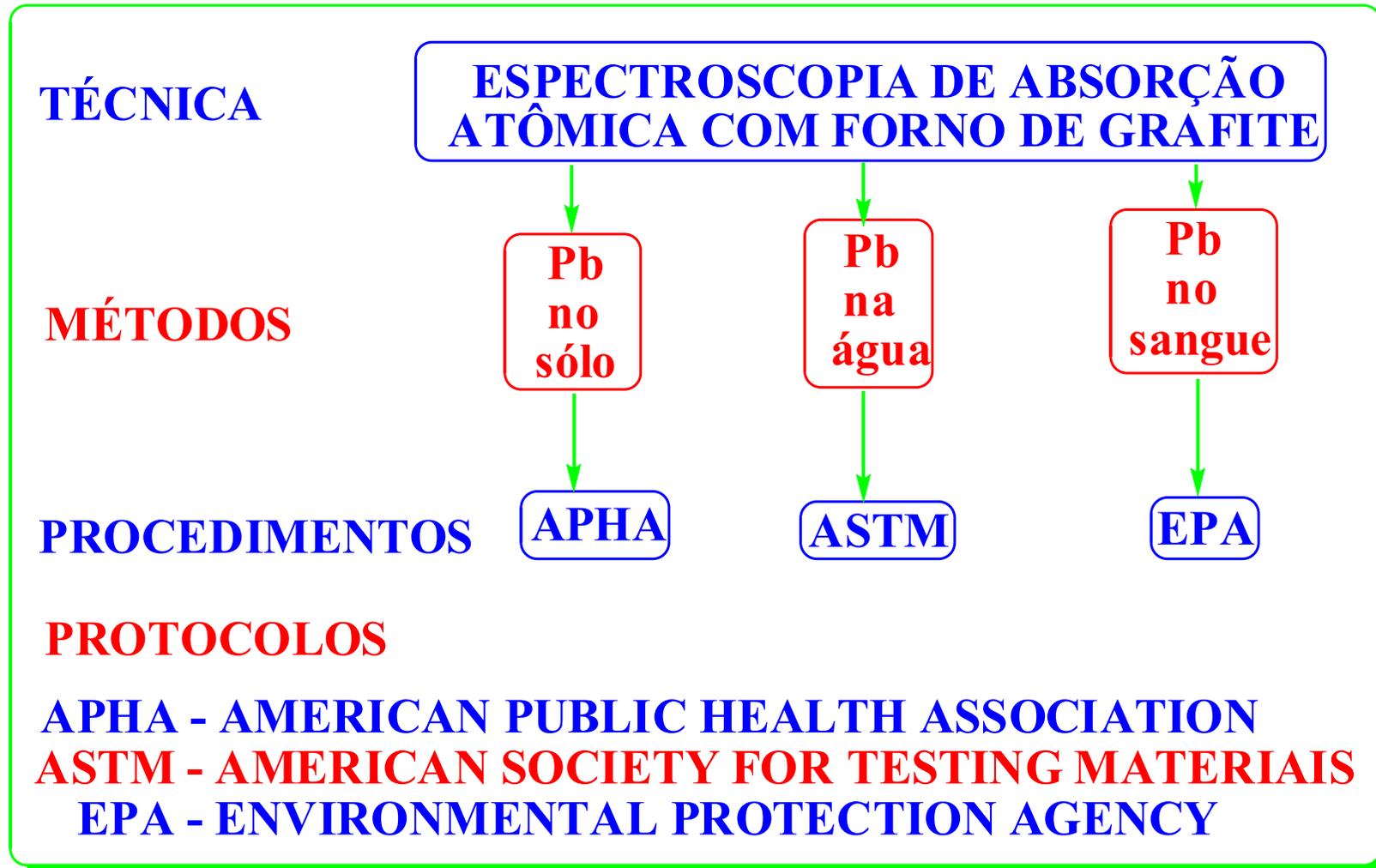
- **TÉCNICAS:** è um princípio químico ou físico que pode ser usado para análise de uma amostra.
 - **Exemplos:** Espectrometria (Absorção), Tíbulometria.
- **MÉTOD0:** é a aplicação de uma técnica para determinação de um analito específico em uma matriz específica.
 - **Exemplo:** Determinação de teor de **vitamina C** em suplementos vitamínicos por **tíbulometria de óxido-redução**.

1.TÉCNICAS, MÉTODOS, PROCEDIMENTOS E PROTOCOLOS

- **PROCEDIMENTO:** é um conjunto de diretrizes 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

- | Método | Análise |
|-----------------|-----------------------------|
| Clássico | |
| • | -Gravimetria |
| • | -Volumetria |
| Ópticos | |
| • | -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

- | Método | Análise |
|-------------------------|--|
| • Outros | |
| • (Sofisticados) | |
| • | -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/m³ 1 kg/m³ = 1000 ppm
- ppm↔g/m³ 1 ppm = 1 g/m³
- ppm↔mg/m³ 1 ppm = 1000 mg/m³
- ppm↔g/cm³ 1 g/cm³ = 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/yd³ 1 lb/yd³ = 593.27642110147 ppm
- ppm↔lb/gal (UK) 1 lb/gal (UK) = 99776.397913856 ppm
- ppm↔lb/ft³ 1 lb/ft³ = 16018.46336974 ppm
- ppm↔lb/gal (US) 1 lb/gal (US) = 119826.42730074 ppm
- ppm↔oz/in³ 1 oz/in³ = 1729994.0439319 ppm
- ppm↔oz/ft³ 1 oz/ft³ = 1001.1539606087 ppm
- ppm↔oz/yd³ 1 oz/yd³ = 37.079776318842 ppm
- ppm↔ton/yd³ 1 ton/yd³ = 1307873.3978551 ppm
- ppm↔lbs/in³ 1 lbs/in³ = 27679904.70291 ppm
- ppm↔per 1 per = 10000 ppm
- ppm↔ppb 1 ppm = 1000 ppb
- ppm↔ppt 1 ppm = 1000000000 ppt
- ppm↔slug/ft³ 1 slug/ft³ = 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/m³ 1 kg/m³ = 1000 mg/L
- mg/L ↔ g/m³ 1 mg/L = 1 g/m³
- mg/L ↔ mg/m³ 1 mg/L = 1000 mg/m³
- mg/L ↔ g/cm³ 1 g/cm³ = 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/yd³ 1 lb/yd³ = 593.27642110147 mg/L
- mg/L ↔ lb/gal (UK) 1 lb/gal (UK) = 99776.397913856 mg/L
- mg/L ↔ lb/ft³ 1 lb/ft³ = 16018.46336974 mg/L
- mg/L ↔ lb/gal (US) 1 lb/gal (US) = 119826.42730074 mg/L
- mg/L ↔ oz/in³ 1 oz/in³ = 1729994.0439319 mg/L
- mg/L ↔ oz/ft³ 1 oz/ft³ = 1001.1539606087 mg/L
- mg/L ↔ oz/yd³ 1 oz/yd³ = 37.079776318842 mg/L
- mg/L ↔ ton/yd³ 1 ton/yd³ = 1307873.3978551 mg/L
- mg/L ↔ lbs/in³ 1 lbs/in³ = 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/ft³ 1 slug/ft³ = 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; Antrpologia.
- **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
 - www.sciencedirect.com

8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

8.2. AMOSTRAGEM

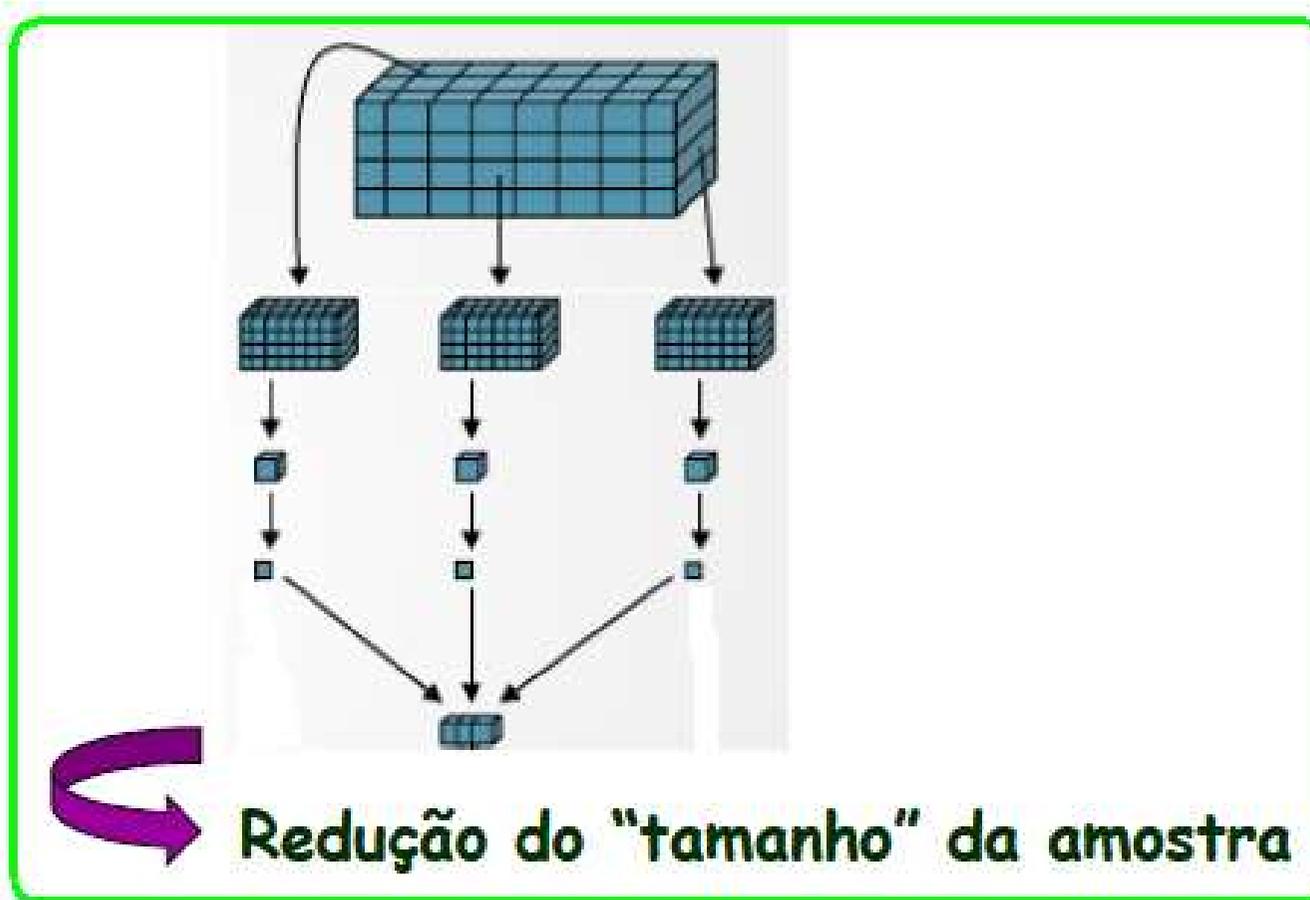
8.3. TRATAMENTO DA AMOSTRA

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 N₂ 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

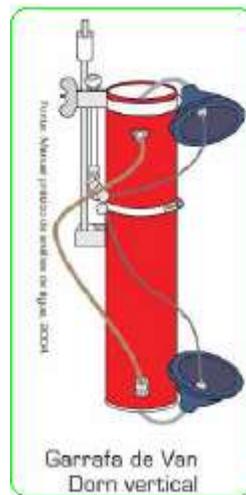


8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

- **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?



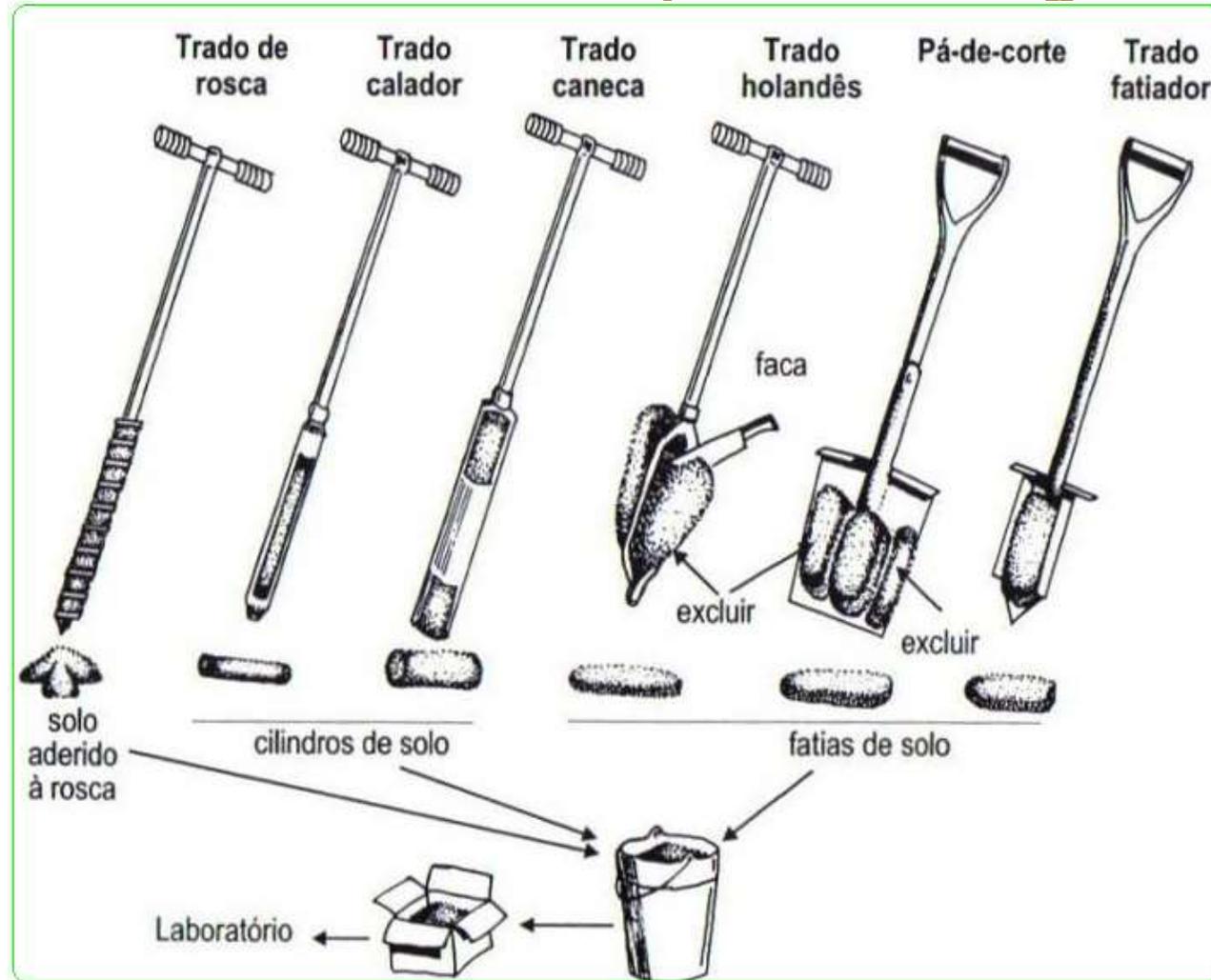
8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

- **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.



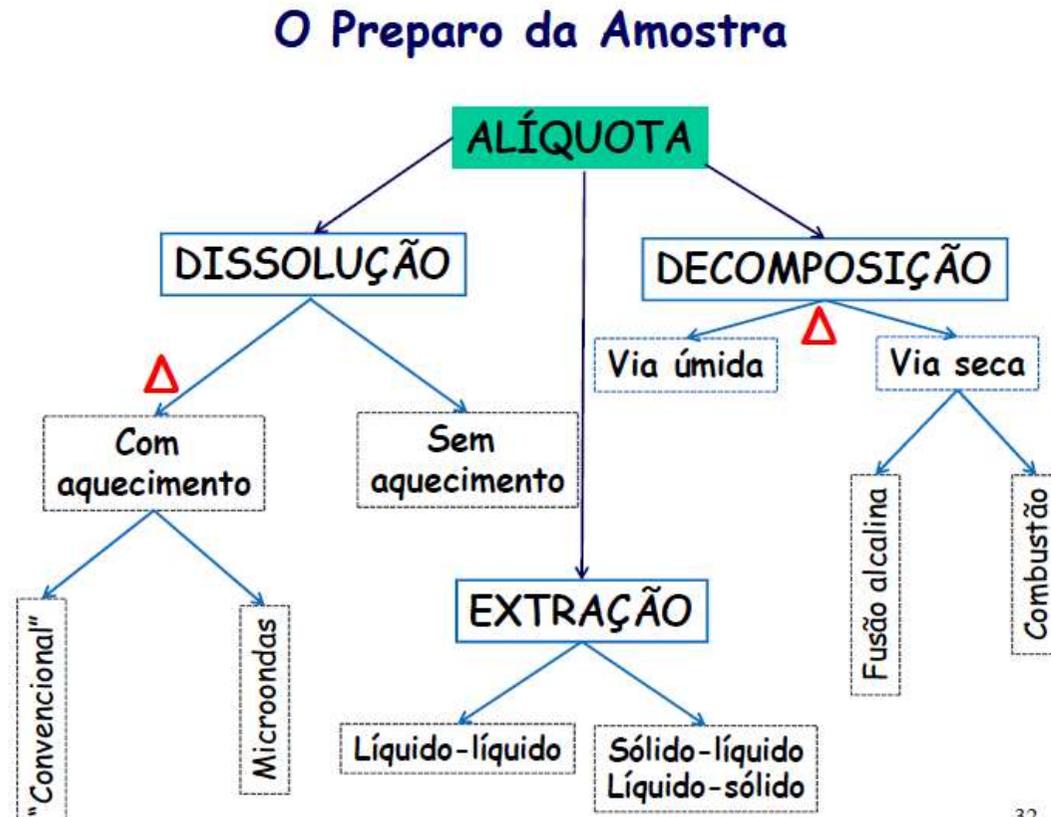
8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

PARAMETRO	PRESERVAÇÃO	FRASCO	VALIDADE
pH e Temperatura	-	Plástico/vidro	Immediatament (<i>in situ</i>)
Br ⁻ , Cl ⁻ , F ⁻	-	Plástico/vidro	Até 28 dias
Cl	-	Plástico/vidro	Immediatament (<i>in situ</i>)
I ⁻	Refrigeração em 4° C	Plástico/vidro	Até 24 horas
NO ₃ ⁻ , NO ₂ ⁻	Refrigeração em 4° C	Plástico/vidro	Até 48 horas
S ²⁻	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 ₃)	Plástico	6 mese
Metais totais	Acidificar (pH=2, com HNO ₃)	Plástico	6 meses
Cr(VI)	Refrigeração em 4° C	Plástico	24 horas
Hg	Acidificar (pH=2, com HNO ₃)	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**



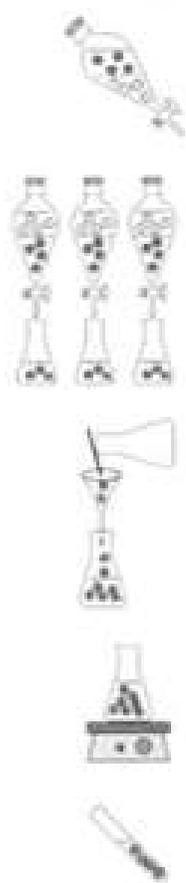
8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

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

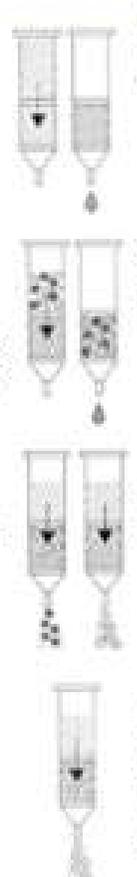


Extração em fase sólida (SPE)

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)

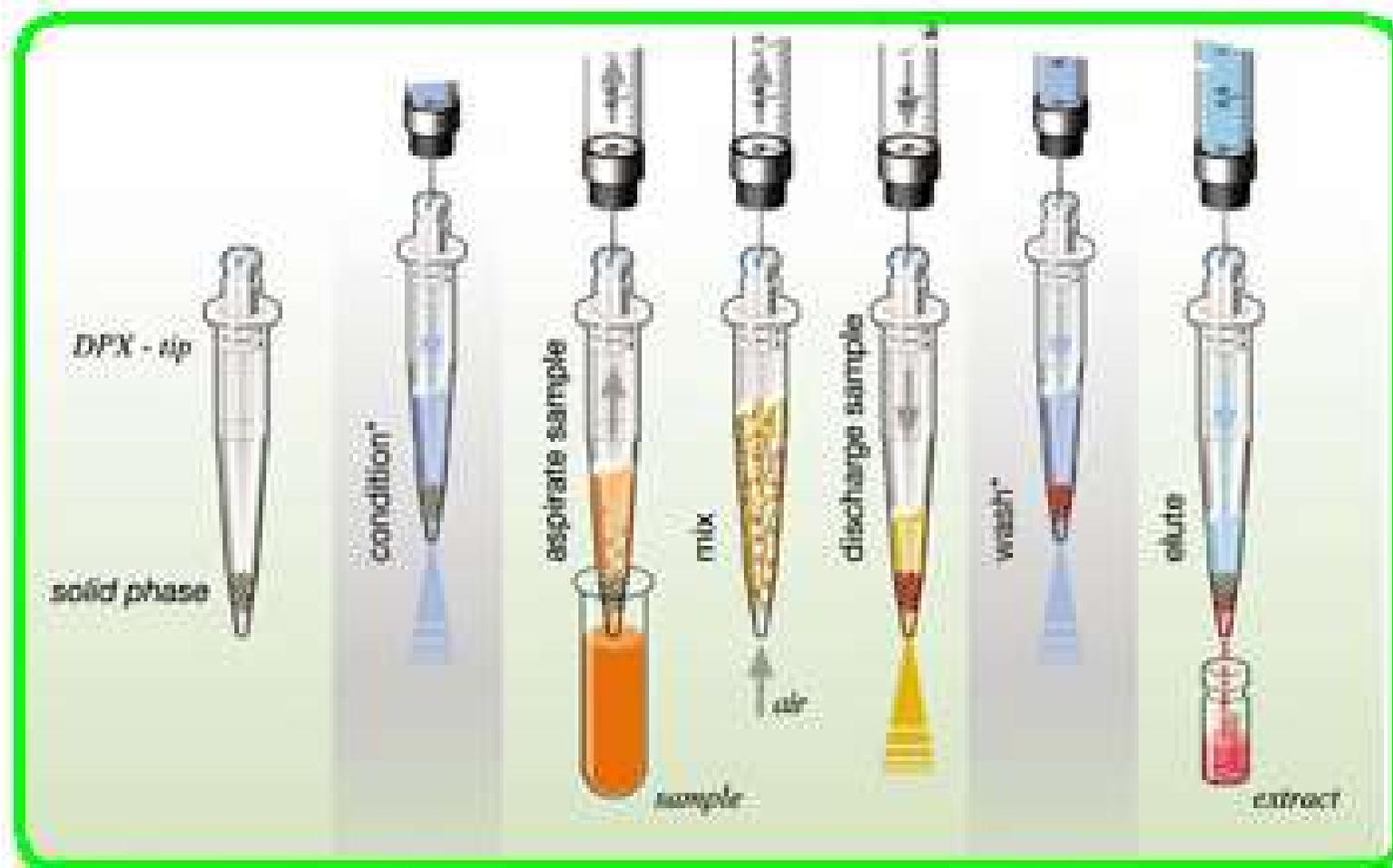
- 
1. Condicionamento da coluna (MeOH+água ou tampão)
 2. Aplicar amostra por aspiração
 3. Extração dos compostos de interesse
 4. Eluição seletiva dos compostos (50-500 microlitros de solventes)

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 g
Meso (semimicro)	de 10^{-2} a 10^{-1} g
Micro	de 10^{-3} a 10^{-2} g
Submicro	de 10^{-4} a 10^{-3} g
Ultramicro	< 10^{-4} g

8. ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

MEDIDAS ANALÍTICAS (TIPOS DE ANÁLISES)

Classificação das análises químicas de acordo com a proporção do constituinte

Tipo de constituinte	Porcentagem do constituinte
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 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** (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.

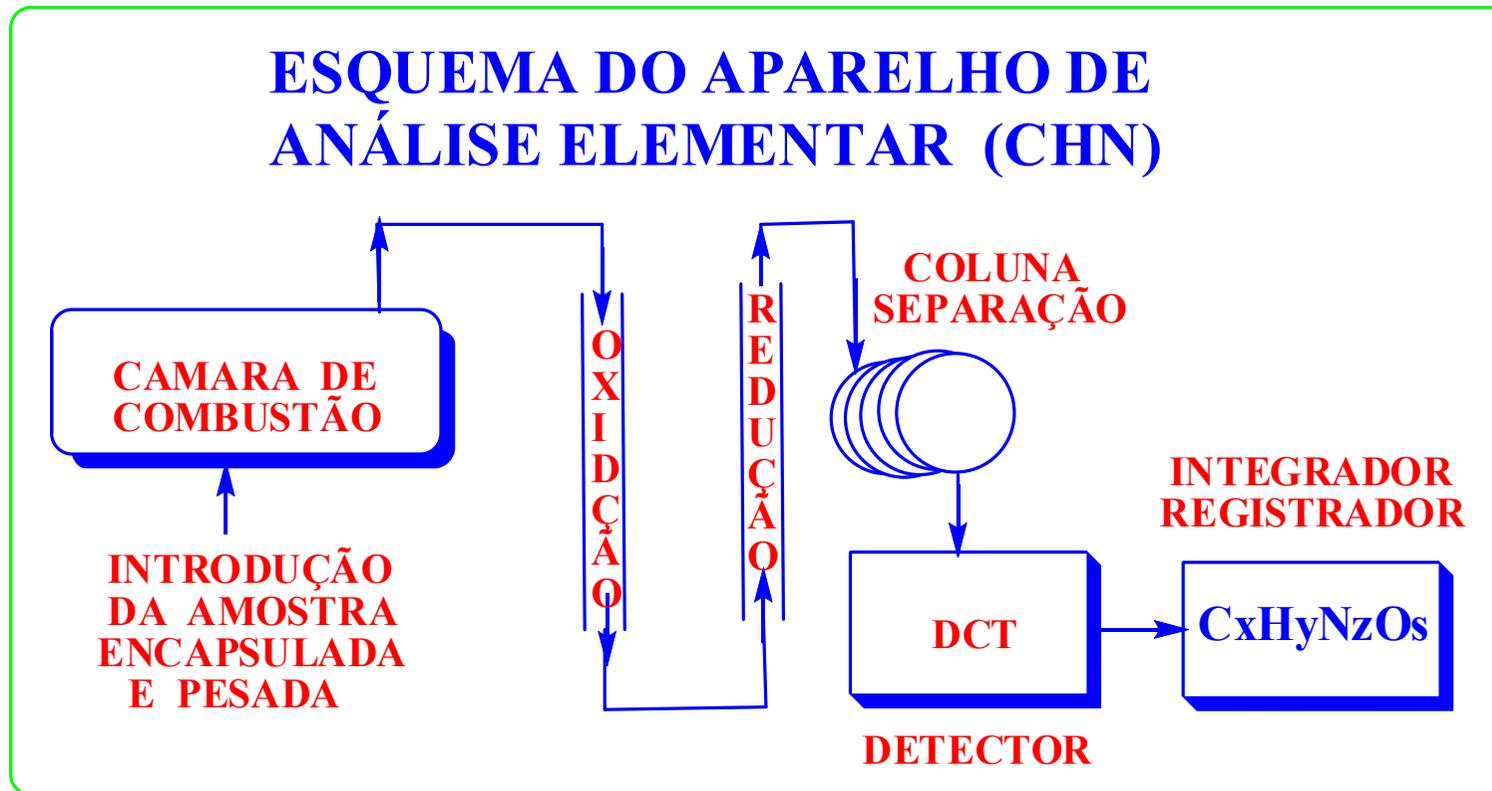
APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR

APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR

PE 2400 CHNS

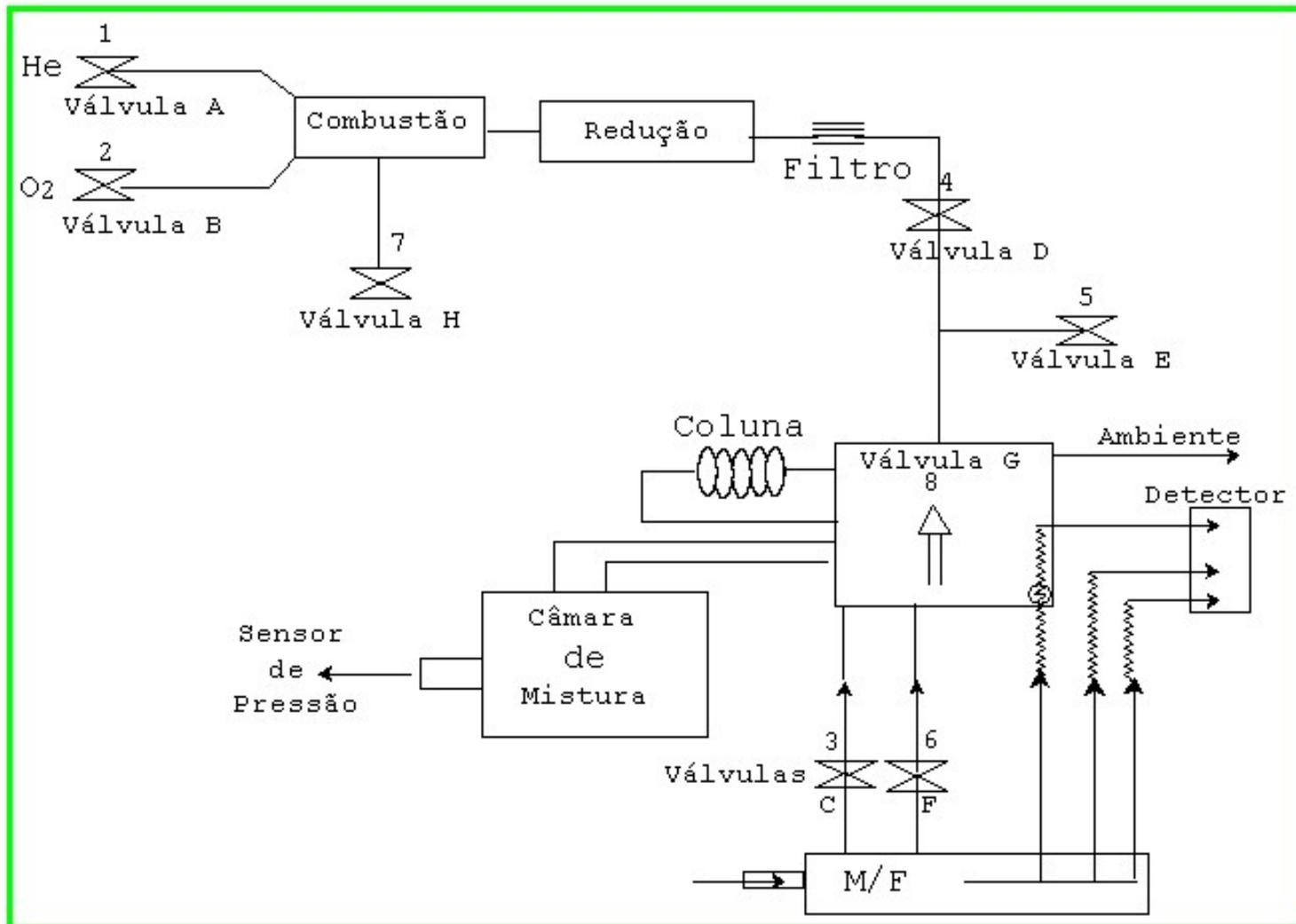


APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR



APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR

ESQUEMA DE FUNCIONAMENTO DO APARELHO DE AE



APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR

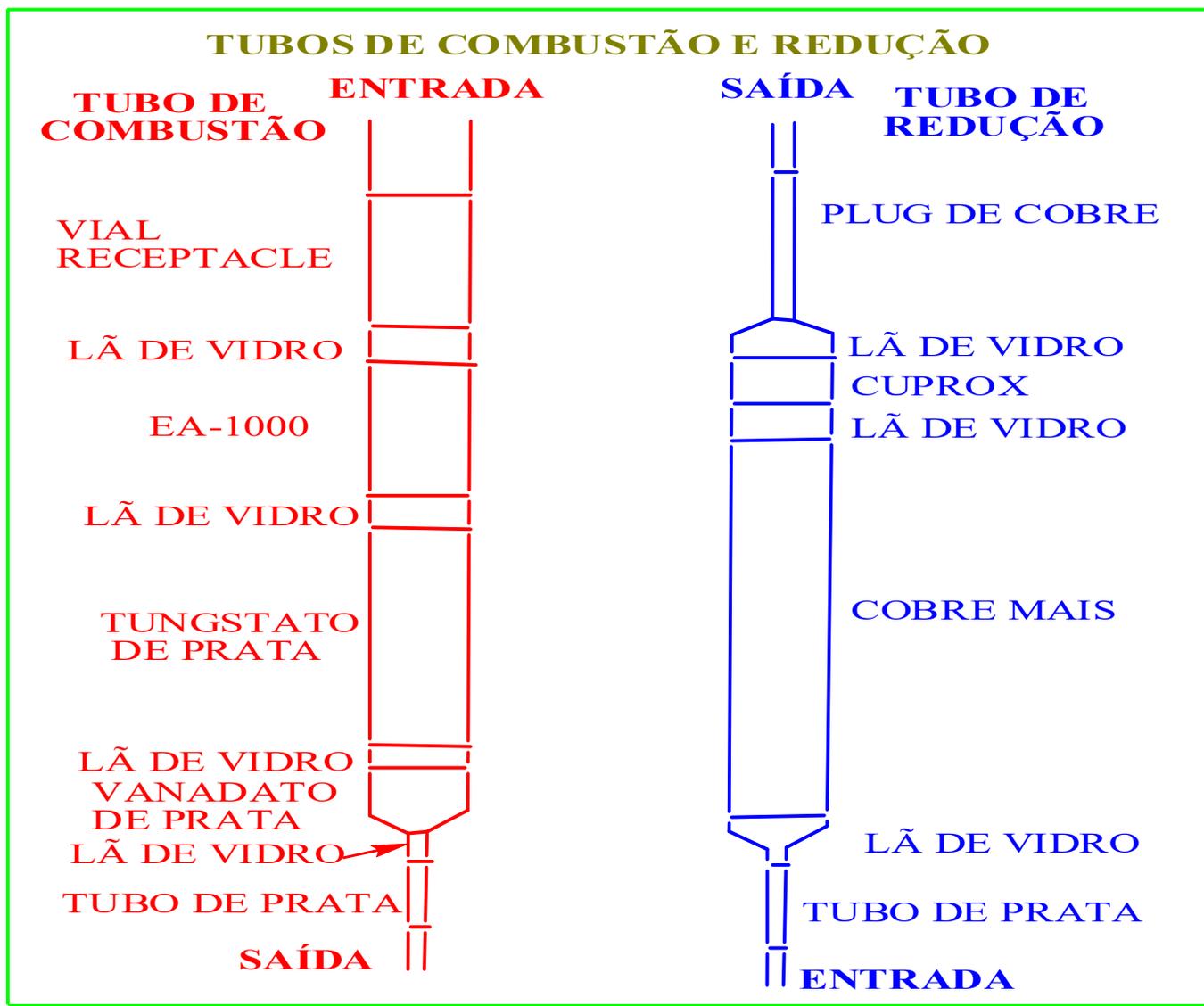
FUNCIONAMENTO DAS VÁLVULAS

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

OBSERVAÇÕES

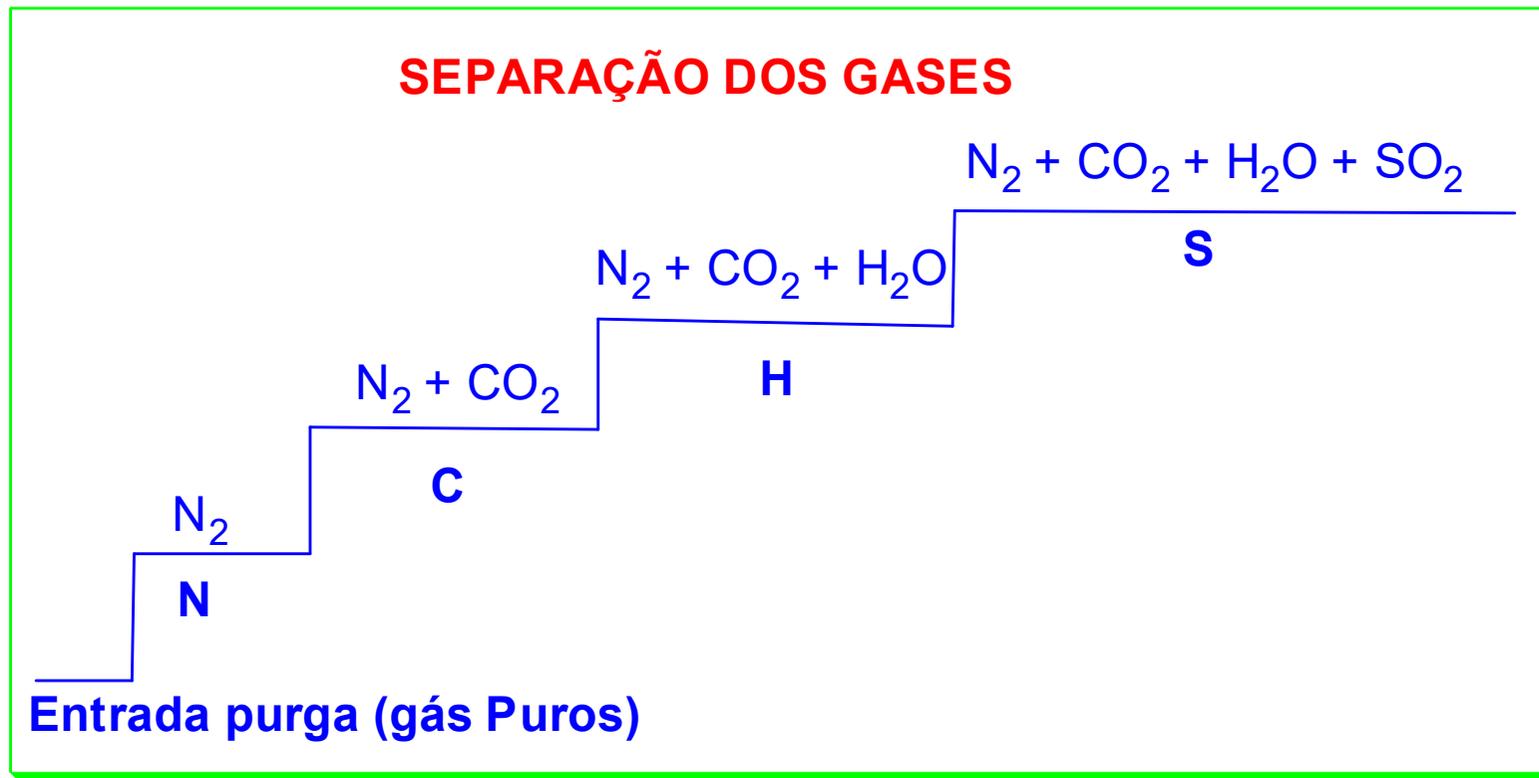
- A válvula **C** do hélio esta sempre aberta quando o aparelho esta no standby para purgar a coluna.
- Quando a válvula **GSV** esta na posição “**A**” o gás sai para o ambiente.
- Quando a válvula **GSV** esta na posição “**B**” o gás sai para a coluna e vai para o detector.
- **IMPORTANTE: Nunca aquecer 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 (μg)**
- **$N M_T$ = 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 (μg)**
 - **$C M_T$ = 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 (μg)
- **H M_T = 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 (μg)
- 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 (μg)
- 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 (μg)
- 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 (7m³) 1000 corridas
- Gás Argônio alta pureza (7m³) 1000 corridas
- Gás Hidrogênio alta pureza (7m³) 1000 corridas
- Gás hélio de alta pureza (7m³) 1000 corridas
- Gás Oxigênio alta Pureza (7m³) 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 μ l) 2000 unidades
- Cápsula de alumínio (30 μ l) 2000 unidades
- Seringa 10 μ 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