

**Componente Curricular:** IC375.1 - TÉCNICAS ANALÍTICAS INSTRUMENTAIS - PRÁTICA

**Carga Horária:** 60 horas

**Unidade Responsável:** DEPARTAMENTO DE QUÍMICA ANALÍTICA

**Tipo do Componente:** DISCIPLINA

**Ementa:** -

**Modalidade:** Presencial

## Dados do Programa

**Ano-Período:** 2020.1

### Objetivos:

Conhecer os princípios básicos dos métodos instrumentais mais utilizados na análise de traços assim como eleger o mais adequado a um dado problema. Verificar a existência e contornar possíveis interferências

### Conteúdo:

1. Técnicas Instrumentais e Ruído Instrumental – Conceitos de método e técnica; análise X determinação; componentes de um instrumento – estímulo, resposta, medida e tradução do sinal, interface instrumento-analista, exemplos; critérios para escolha de uma técnica; figuras de mérito: sensibilidade, LD, LQ, seletividade, curvas de resposta. Relação sinal-ruído; fontes de ruído: ruído químico e instrumental; ruído térmico; ruído de disparo; ruído "flicker"; ruído ambiental; melhorando a relação sinal-ruído. Construção de curvas de resposta: o método dos quadrados mínimos.
2. Princípio da cela galvânica aplicado à potenciometria; constituição de uma cela potenciométrica; curva de resposta; Eletrodos de referência: características; eletrodo de calomelano saturado; eletrodo Ag/AgCl; potenciais; potencial de junção líquida; eletrodos de referência de junção dupla; outros eletrodos de referência (Hg/HgSO<sub>4</sub>, Hg/HgO, Cu/CuSO<sub>4</sub>, eletrodo para meio não aquoso); calomelano saturado X Ag/AgCl vantagens e desvantagens; Construção de um eletrodo de referência Ag/AgCl; Eletrodos indicadores: metálicos (tipos I, II, III e inertes) e de membrana (cristalina e não cristalina); eletrodo de fluoreto-mecanismo; mecanismo de um eletrodo de membrana (eletrodos íon seletivos);
3. Eletrodo de membrana de vidro: constituição, mecanismo, potencial de fronteira, erro alcalino e erro ácido; definição operacional de pH; eletrodos de membrana líquida; potenciometria direta: curvas de resposta; uso do tampão de ajuste de força iônica total; calibração dos eletrodos: direta e método da adição padrão (a volume constante e a volume variável). Eletrodos alternativos para medida do pH (eletrodo de antimônio e quinidrona); potenciometria relativa/titulação potenciométrica: métodos das derivadas 1ª e 2ª. Exercícios.
4. Condutimetria – Resistência elétrica, resistividade, condutância e condutividade; Medidas de condutividade em soluções aquosas; Cela condutimétrica: tipos, constante de cela, platinização, usos; Lei de Kohlrausch; Mobilidade independente dos íons; Condutância molar iônica na diluição infinita, unidades; Ponte de Wheatstone; Casos particulares de condutividade – mobilidade dos íons H<sup>+</sup> e OH<sup>-</sup> em soluções aquosas; efeito do raio iônico hidratado na mobilidade dos íons e a condutância iônica molar; Conceito de número de transporte e mobilidade iônica; Principais efeitos da interação entre os íons em solução. Aplicações: controle de pureza de amostras de água, determinação de eletrólitos residuais, concentrações de sais e processos químicos em geral, titulações condutimétricas; Titulações ácido base; Titulação de precipitação.
5. Análise de casos. Potenciometria e Condutimetria: titulação ácido base por potenciometria e condutimetria; titulação de oxirredução e precipitação.
6. Espectrometria de absorção molecular – Cor e Luz. Espectro luminoso, exemplos de espectros obtidos com o espectrômetro USB 4000; Derivação da equação de Beer; diagrama de blocos de um espectrômetro de absorção molecular. Instrumental: partes de um espectrômetro: fontes (filamento de W, halógena, laser, diodo emissor de luz), seletores de comprimento de onda (filtros, prisma e rede de difração), celas (cubetas de plástico, vidro e quartzo – fibra óptica oca, celas de fluxo contínuo), sensores de imersão; detectores (fotodiodos, válvulas fotomultiplicadoras e detectores de dispositivos de injeção de carga, CCD).
7. Esquemas ópticos - feixe simples, duplo no espaço e no tempo. Dispersão do espectro; escolha do comprimento de onda de máxima absorvância: varredura espectral; absorvância molar específica. Estratégias para aumentar a sensibilidade. Curvas de resposta e método da adição padrão; método da aditividade de absorvâncias; titulações absorciométricas; aplicação no estudo de complexos.
8. Análise de casos: descrição de um sensor de imersão baseado em fibra óptica para titulação absorciométrica de ácido ascórbico em comprimidos de vitamina C, usando o complexo Fe(SCN)<sup>+</sup>2. Análise do complexo entre Cu<sup>2+</sup> e salicilaldeídobenzohidrazina.

9. Espectroscopia de Absorção Atômica na Chama: histórico, princípios, instrumental (fonte, atomizador, sistemas ópticos (espectrômetro de feixe simples e duplo), detector. Sistemas de introdução de amostras (micro injeção, geração de vapor). Interferências (espectral, química, física, ionização, absorção não específica) e como suprimi-las; Estratégias para aumento de sensibilidade (super lâmpada e armadilha de átomos); Processo de atomização; Tipos de chamas; Detectores (válvula fotomultiplicadora e dispositivo semicondutor, CCD); Sensibilidade: efeito da variação da largura da fenda de saída do monocromador, efeito da variação da corrente da lâmpada; Curvas de resposta e método da adição padrão; Aplicações. Exercícios.

10. Emissão em plasma induzidamente acoplado – O plasma; Formação do plasma por indução; Espectros de emissão: linhas atômicas e iônicas. Fontes: GDL, arco, centelha, DCP, ICP, MIP; Formação do plasma ICP: mecanismos, zonas e temperaturas do plasma; Introdução da amostra: nebulizadores (fluxo cruzado, concêntrico, microconcêntrico e ultrassônico) e câmaras de nebulização (passo duplo, cônica e ciclônica), dispositivo para injeção direta; Sistemas ópticos: sequencial e simultâneo, novos sistemas com detectores ccd, cid e scd; sistemas óticos axial e radial; Tratamento de amostras: processos de dissolução via úmida, via fusão em fluxos, uso de micro-ondas; Análise em meio orgânico; Interpretação de espectros: interferências, tipos e correção. Aplicações.

11. Métodos Cromatográficos: princípios básicos da cromatografia: introdução, aspectos históricos, classificações e termos técnicos. Cromatografia em papel: definições, termos, técnicas e aplicações. Cromatografia em camada delgada: definições, termos, técnicas e aplicações. Cromatografia por adsorção: definições, termos, técnicas e aplicações. Cromatografia por exclusão: definições, termos, técnicas e aplicações. Cromatografia por troca iônica: definições, termos, técnicas e aplicações. Cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC): definições, termos, técnicas e aplicações. Cromatografia gasosa (CG): definições, termos, técnicas e aplicações.

Tipo de material	Descrição
Livro	CHRISTIAN, GARY D.. <strong>Analytical chemistry</strong>. . John Wiley. 2004
Livro	HOLLER, F. JAMES; SKOOG, DOUGLAS A.; CROUCH, STANLEY. <strong>Princípios de análise instrumental.</strong>. . Bookman. 2009
Livro	CIENFUEGOS, FREDDY; VAITSMAN, DELMO SANTIAGO. <strong>Análise instrumental</strong>. . Interciência. 2000