

## Programa da Unidade Curricular

Ano Letivo: 2012-2013

<b>Análise Química</b>				2.º ano	2.º sem	4,5 ECTS
Licenciatura em Engenharia Química e Bioquímica						
<b>Carga Horária</b>	<b>Horas Totais</b> <b>121,5</b>			<b>Docente</b>	<b>Maria Teresa da Luz Silveira</b>	
	<b>Horas Totais de Contacto</b>				Professora Adjunta	
	T	TP	P	PL		
	22,5			30		

### Objetivos

Com esta unidade curricular pretende-se:

- estudar os métodos instrumentais de análise que envolvem absorção, emissão e dispersão de energia
- estudar as técnicas separativas que envolvem a extração por solventes
- aplicar os conhecimentos adquiridos à análise quantitativa

### Conteúdos Programáticos

1. Métodos ópticos em química analítica. Emissão, absorção e dispersão de energia radiante.

1.1-Classificação dos métodos ópticos de absorção.

1.1.1-Espectrofotometria de absorção.

1.1.1.1-Absorção nas várias regiões espectrais.

1.1.1.2-Mecanismos de absorção nos átomos e moléculas.

1.2-Características de energia radiante

1.2.1-Unidades de comprimento de onda.

1.2.2-Energia da radiação eletromagnética.

1.2.3-Radiação monocromática.

*F.Gouveia*

## 2. Absorção e dispersão da energia radiante.

### A-Espectrofotometria do visível e ultravioleta

#### 2.1-Absorção da radiação

##### 2.1.1-Aspectos gerais

##### 2.1.2-Lei de Lambert e Beer

##### 2.1.3-Desvios químicos da lei de Beer

#### 2.2-Nomenclatura em espectrofotometria

#### 2.3-Ordem de grandeza das concentrações e outras grandezas.

#### 2.4-Apresentação gráfica dos dados

#### 2.5-Origem dos erros em espectrofotometria

##### 2.5.1-Uso da radiação não monocromática.

#### 2.6-Espectrofómetros

##### 2.6.1-Fontes de energia

##### 2.6.2-Prismas e redes de difração. Células de absorção.

##### 2.6.3-Detectores e amplificadores

##### 2.6.4-Tipos de espectrofómetros

#### 2.7-Desvios instrumentais à Lei de Beer.

#### 2.8-Precisão em análise espectrofotométrica

##### 2.8.1-Aspectos gerais

##### 2.8.2- Colorimetria

##### 2.8.3-Espectrofotometria

##### 2.8.4-Aumento da precisão por espectrofotometria diferencial

#### 2.9-Aplicações de Espectrofotometria do ultravioleta e visível

##### 2.9.1-Análise qualitativa. Identificação de espectros eletrônicos

##### 2.9.2-Análise Quantitativa

##### 2.9.2.1-Condições da solução e seleção do solvente apropriado

##### 2.9.2.2-Seleção do comprimento de onda ou comprimentos de onda apropriados

##### 2.9.2.3-Métodos de cálculo - curva de calibração e método absoluto

##### 2.9.2.4-Eliminação de interferências - Métodos da Adição de Padrão

##### 2.9.2.5-Determinação espectrofotométricas simultâneas

##### 2.9.2.6-Titulações fotométricas

### B-Dispersão da energia radiante (turbidimetria e nefelometria)

#### 2.10-Introdução

#### 2.11-Dispersão de Rayleigh

### 3. Fotometria de chama.

#### 3.1-Princípios teóricos

- 3.1.1-Espectro de emissão
- 3.1.2-Mecanismo de dissociação

3.1.3-Intensidade das riscas espectrais atómicas

#### 3.2-Sistemas instrumentais

- 3.2.1-Introdução
- 3.2.2-Chama como fonte de emissão
- 3.2.3-Gases usados na produção da chama
- 3.2.4-Gases de combustão
- 3.2.5-Sistemas de atomização
- 3.2.6-Queimador
  - 3.2.6.1-Queimadores não atomizadores
  - 3.2.6.2-Queimadores atomizadores

#### 3.3-Diferentes tipos de fotometria de chama de emissão

- 3.3.1- Fotometria de chama direta
- 3.3.2- Fotometria de chama indireta
  - a) Fotometria de chama indireta por diferença
  - b) Fotometria de chama indireta por substituição
  - c) Fotometria de chama indireta por efeitos secundários
    - Pelo aparecimento de bandas
    - Por depressão de radiações

#### 3.4-Tipos de interferência

- 3.4.1-Interferência espectral
- 3.4.2-Emissão de fundo
- 3.4.3-“Self-absorção”
- 3.4.4-Ionização
- 3.4.5-Interferências químicas
- 3.4.6- Interferências de matriz

#### 3.5-A fotometria de chama em Química Analítica

- 3.5.1-Exactidão e Precisão em Fotometria de Chama
- 3.5.2-Limite de deteção e sensibilidade das determinações

#### 3.6-Métodos de cálculo

- 3.6.1-Introdução
- 3.6.2-Método da Curva de Calibração
- 3.6.3-Método de Adição de Padrão
- 3.6.4-Método do Padrão Interno
  - 3.6.4.1-Características de um elemento a usar como padrão interno

M.Silveira

## 4. Espectroscopia de absorção atómica.

### 4.1-Introdução

### 4.2-Princípios teóricos

#### 4.2.1-Atomização

#### 4.2.2-O mecanismo de absorção

#### 4.2.3-População atómica

#### 4.2.4-Lei de Lambert-Beer

#### 4.2.5-Significado da largura das riscas em absorção atómica

### 4.3-Aparelhagem

#### 4.3.1-Fontes para absorção atómica

#### 4.3.2-Tipos de chama usados em absorção atómica

#### 4.3.3-Sistemas de atomização

#### 4.3.4-Queimador

### 4.4-Limitações em absorção atómica

#### 4.4.1-Exactidão

#### 4.4.2-Precisão

#### 4.4.3-Sensibilidade e limite de deteção

### 4.5-Interferências

### 4.6-Análise Quantitativa

#### 4.6.1- Método de adição de padrão e do padrão interno

#### 4.6.2- Métodos de separação e pré-concentração da amostra

### 4.7-Análise qualitativa

## 5. Extração por solventes.

### 5.1-Extracção de sólidos

### 5.2-Extracção líquido-líquido

#### 5.2.1-Equilíbrio de partição

#### 5.2.2-Sistemas de extração

#### 5.2.3-Métodos experimentais

- Extração simples

- Extração contínua

- Extração em contracorrente

- Aplicações da extração em contracorrente

## 6. Cromatografia

### 6.1-Introdução

### 6.2-Classificação das análises por cromatografia

### 6.3-Métodos e técnicas cromatográficas

#### 6.3.1-Cromatografia líquido-líquido

#### 6.3.2-Cromatografia de adsorção

#### 6.3.3-Cromatografia de permuta iônica

#### 6.3.4-Cromatografia em gel

#### 6.3.5-Cromatografia de afinidade

#### 6.3.6-Cromatografia em fase gasosa

#### 6.3.7-Cromatografia líquida em coluna

#### 6.3.8-Cromatografia líquida de alta eficiência

## PRÁTICAS DE ANÁLISE QUÍMICA

-Determinação espectrofotométrica do pKa do indicador verde de bromocresol

-Determinação turbidimétrica do teor em sulfatos numa água

-Determinação do sódio e do potássio numa água por Fotometria de Chama de Emissão

-Extração líquido-líquido - Determinação da razão de distribuição do iodo nos sistemas: tetracloreto de carbono-água e clorofórmio-água

### Método de Avaliação

A aprovação na componente prática (P) da unidade curricular depende da execução experimental de todos os trabalhos práticos, da assiduidade (correspondendo a 15% da avaliação da componente prática), da entrega de um mini relatório individual onde são apresentados os resultados experimentais e os cálculos de cada trabalho realizado (correspondendo a 15% da avaliação da componente prática), e da realização de um teste escrito referente aos trabalhos práticos realizados (correspondendo a 70% da avaliação componente prática). Se não for efetuada na íntegra esta avaliação o aluno não é admitido à avaliação correspondente à componente teórica.

A avaliação prática é válida unicamente no ano letivo em que é realizada.

Os alunos com a unidade curricular em atraso poderão ser dispensados da execução laboratorial mas têm, obrigatoriamente, que realizar o teste escrito referente aos trabalhos práticos. Neste caso, é a classificação obtida neste teste que corresponde à componente prática (P) da nota final da unidade curricular.

A componente teórica será avaliada com um teste escrito, em qualquer uma das épocas, sobre a matéria teórica (T) tendo como nota mínima 9.5 valores.

A nota final será a média ponderada das duas componentes segundo a fórmula:  $0.8T+0.2P$ .



## Bibliografia

- [1] Skoog A. D; Holler, F. J.; Crouch, S.R., "Principles of Instrumental Analysis", 1<sup>a</sup> ed., Brooks/Cole, 2006.
- [2] Rouessac, F.; Rouessac, A., "Chemical Analysis: Modern Instrumentation Methods and Techniques", 2<sup>a</sup> ed. Wiley, 2007.
- [3] Skoog A. D; Holler, F. J.; Nieman. "Principles of Instrumental Analysis", 5<sup>a</sup> ed., Brooks/Cole, 2003.
- [4] Gonçalves, M.L.S.S., "Métodos Instrumentais para Análise de Soluções. Análise Quantitativa", 4<sup>a</sup> Ed., Fundação Calouste Gulbenkian, Lisboa, 2001.

Tomar, Fevereiro de 2013

Háme Ferenc de hug Álvarez

Este é o meu trabalho de projeto para a disciplina de Análise Química. O meu objectivo principal era obter resultados que mostrassem a eficiência da técnica de cromatografia em coluna para a separação de um misto de compostos orgânicos. Para isso, utilizei a cromatografia em coluna com deteção por UV-VIS e a deteção por detetor de fluxo. Utilizei a cromatografia em coluna para separar um misto de compostos orgânicos, que consistia em ácidos carboxílicos e álcoois. O resultado final foi satisfatório, com uma separação eficiente dos componentes do misto.

O trabalho é composto por cinco partes principais: introdução, objetivos, resultados, discussão e conclusões. A introdução explica o contexto e o objetivo do trabalho. Os objetivos são definidos como a obtenção de resultados precisos e consistentes, bem como a demonstração da eficiência da técnica de cromatografia em coluna para a separação de compostos orgânicos. Os resultados mostram os resultados obtidos durante a execução do trabalho, incluindo os resultados de cromatogramas e tabelas de dados.

A discussão analisa os resultados obtidos e discute as possíveis fontes de erros e limitações do trabalho. As conclusões são baseadas nos resultados obtidos e fornecem recomendações para futuras pesquisas na área. O trabalho é concluído com uma conclusão geral que resume os resultados e suas implicações.