



M. Silveira

INSTITUTO POLITÉCNICO DE TOMAR
Escola Superior de Tecnologia de Tomar
Departamento de Engenharia Química e do Ambiente
Engenharia Química

PROGRAMA DA DISCIPLINA DE MÉTODOS INSTRUMENTAIS DE ANÁLISE

2º Ano/ 2º Semestre
Ano Lectivo: 2004/2005

Regime: Semestral
Carga Horária: 2T+3P

Docente responsável: Maria Teresa da Luz Silveira, Professora Adjunta

OBJECTIVOS DA DISCIPLINA

Com esta disciplina pretende-se:

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

PROGRAMA

CAPITULO I

**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 electromagnética.
 - 1.2.3-Radiação monocromática.



INSTITUTO POLITÉCNICO DE TOMAR
Escola Superior de Tecnologia de Tomar
Departamento de Engenharia Química e do Ambiente
Engenharia Química

CAPITULO II

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-Espectrofotómetros

2.6.1-Fontes de energia

2.6.2-Prismas e redes de difracção. Células de absorção.

2.6.3-Detectores e amplificadores

2.6.4-Tipos de espectrofotómetros

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 electrónicos

2.9.2- Análise Quantitativa

2.9.2.1-Condições da solução e selecção do solvente apropriado

2.9.2.2-Seleccção 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



INSTITUTO POLITÉCNICO DE TOMAR
Escola Superior de Tecnologia de Tomar
Departamento de Engenharia Química e do Ambiente
Engenharia Química

B-Dispersão da energia radiante (turbidimetria e nefelometria)

2.10-Introdução

2.11-Dispersão de Rayleigh

CAPITULO III

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 directa

3.3.2- Fotometria de chama indirecta

a) Fotometria de chama indirecta por diferença

b) Fotometria de chama indirecta por substituição

c) Fotometria de chama indirecta 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 detecção e sensibilidade das determinações



INSTITUTO POLITÉCNICO DE TOMAR
Escola Superior de Tecnologia de Tomar
Departamento de Engenharia Química e do Ambiente
Engenharia Química

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

CAPITULO IV

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 detecção

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



INSTITUTO POLITÉCNICO DE TOMAR
Escola Superior de Tecnologia de Tomar
Departamento de Engenharia Química e do Ambiente
Engenharia Química

CAPITULO V

EXTRACÇÃO POR SOLVENTES

5.1-Extracção de sólidos

5.2-Extracção líquido-líquido

5.2.1- Equilíbrio de partição

5.2.2- Sistemas de extracção

5.2.3- Métodos experimentais

-Extracção simples

-Extracção contínua

-Extracção em contracorrente

-Aplicações da extracção em contracorrente

CAPITULO VI

CROMATOGRAFIA

6.1-Introdução

6.2-Técnicas de desenvolvimento: análise por eluição, frontal e por deslocamento.

6.3-Teoria da cromatografia por eluição

6.3.1-Factor de retardo

6.3.2-Alargamento de bandas e eficiência da coluna

6.3.3-Resolução

6.4-Métodos cromatográficos

6.4.1-Cromatografia de partição líquido-líquido

Cromatografia em papel

6.4.2-Cromatografia de adsorção

6.4.3-Cromatografia de permuta iónica

6.4.4-Cromatografia em gel

6.4.5-Cromatografia em fase gasosa



INSTITUTO POLITÉCNICO DE TOMAR
Escola Superior de Tecnologia de Tomar
Departamento de Engenharia Química e do Ambiente
Engenharia Química

PRÁTICAS DE MÉTODOS INSTRUMENTAIS DE ANÁLISE

- 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
- Determinação do chumbo numa água por Fotometria de Chama de Absorção Atómica
- Extracção líquido-líquido - Determinação da razão de distribuição do iodo nos sistemas: tetracloreto de carbono-água e clorofórmio-água

MÉTODO DE AVALIAÇÃO

Realização de um teste escrito e/ou exame final sobre a matéria teórica (T). Elaboração de um relatório referente a cada trabalho prático efectuado (P).

A admissão à avaliação correspondente à parte teórica depende da execução experimental de todos os trabalhos práticos e da elaboração dos respectivos relatórios.

A nota final será a média ponderada das duas partes segundo a fórmula: $0.8T+0.2P$, tendo como nota mínima em cada conjunto de avaliação 10 valores.

BIBLIOGRAFIA

- Gonçalves, M.L.S.S., “Métodos Instrumentais para análise de Soluções, Análise Quantitativa”, 3ª Ed., Fundação Calouste Gulbenkian, Lisboa, 1996.
- Skoog, Leary “Principles of Instrumental Analysis”, 4ª ed., Internacional Edition.
- Willard, Merritt, Dean, Sette, “Instrumental Methods of Analysis”, 7ª Ed. International Edition.
- Pecok, Shields, Cairns, McWilliam, “Modern Methods of Chemical Analysis”, John Wiley & Sons.
- Ewing, G.W., “Instrumental Methods of Chemical Analysis”, McGraw-Hill Book Company, 1985.

Henri Tenise de Luz Silva