

ANÁLISE INSTRUMENTAL

ANÁLISE ELEMENTAR
(CHNOS)

1ª Aula (2ª Parte)

- **Prof. Dr. Antônio Aarão Serra**

ANÁLISE ELEMENTAR

PROGRAMAÇÃO

- INTRODUÇÃO
- ÍNDICE DE DEFICIÊNCIA DE HIDROGÊNIO (IDH)
- APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR
- MANUTENÇÃO E MATERIAIS
- APLICAÇÕES
- BIBLIOGRAFIA

INTRODUÇÃO

- **Fórmula Percentual**
- **Indica a porcentagem, em massa, de cada elemento que constitui a substância (Lei das Proporções constantes).**
- **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**
- **A fórmula percentual indica exatamente isso, a massa de cada elemento químico presente em 100 partes de massa de uma substância.**
- **Ex.: 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.

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

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.
- **SABEMOS QUE:**
- 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:
- **Pela fórmula fica:**

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

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

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

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: (Regra de três)**
- **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 Percentua**
- **Cont. Exercício 1: (Regra de três)**
- **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.**

INTRODUÇÃO

- **Fórmula Percentual**
- **Observações:**
-
- **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 .

INTRODUÇÃO

- Fórmula Percentual
- Através da Formula Molecular
- Resolução Exercício 2:
- 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 a seguir:
-
- **MM (CH₄):**

C	=	1	X	12	=	12
H	=	4	X	1	=	4
Somando MM (CH₄) = 16						

INTRODUÇÃO

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

INTRODUÇÃO

- **ÍNDICE DE DEFICIÊNCIA DE HIDROGÊNIO (IDH)**
-
- **Indica a ausência ou a presença de ligações duplas, triplas ou anéis na estrutura molecular dos compostos orgânicos.**

INTRODUÇÃO

- **ÍNDICE DE DEFICIÊNCIA DE HIDROGÊNIO (IDH)**
- Ex.: 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**.

INTRODUÇÃO

- **ÍNDICE DE DEFICIÊNCIA DE HIDROGÊNIO (IDH)**

FÓRMULA: $IDH = C - (H/2) + (N/2) - (X/2) + 1$

- **C** = N^o de átomos de Carbono;
- **H** = N^o de átomos Hidrogênio
- **N** = N^o de átomos de Nitrogênio
- **X** = N^o de átomos de Halogênios

INTRODUÇÃO

- **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**

APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR

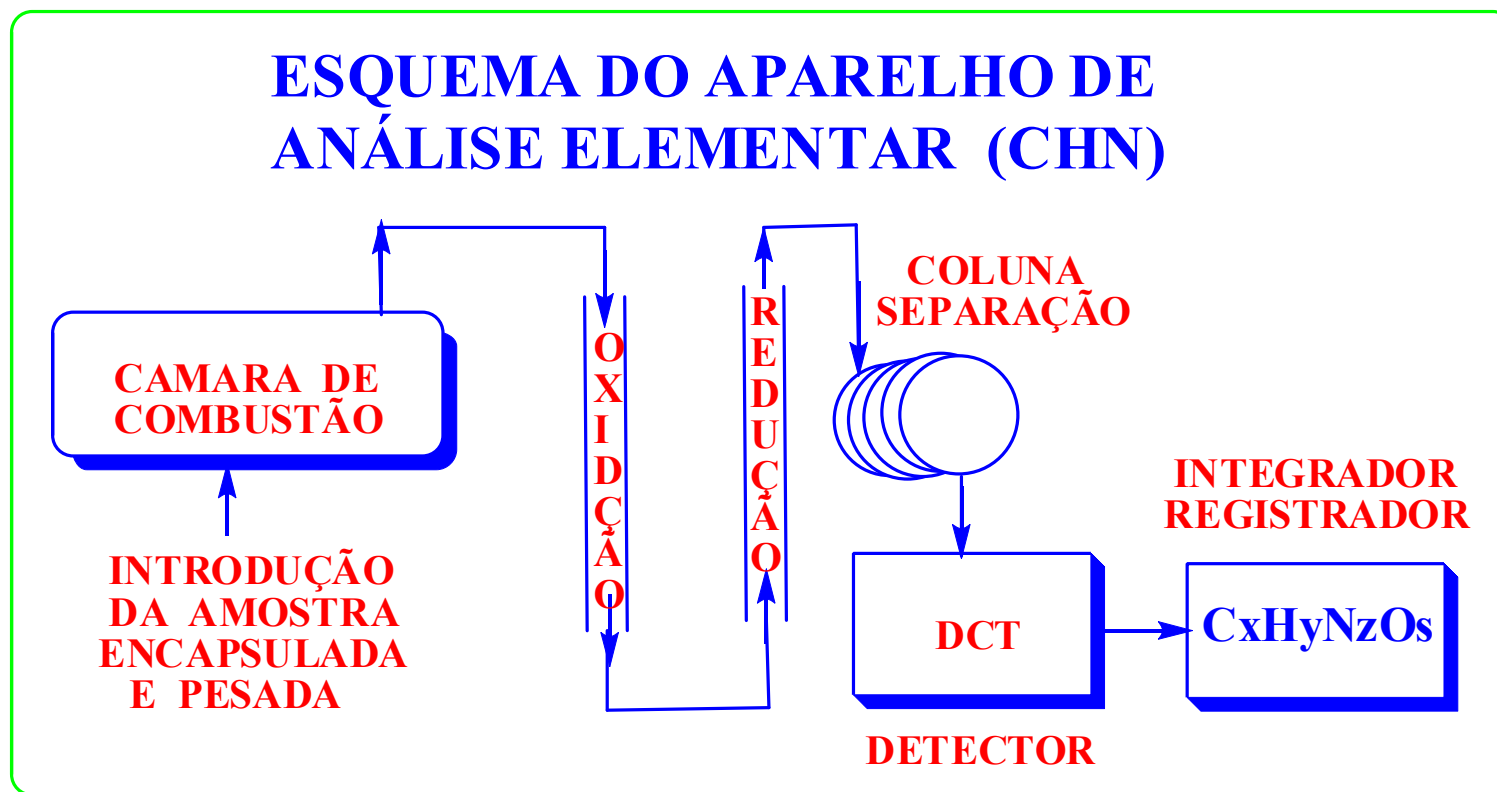
- - A **Análise Elementar** é uma técnica para determinação das **porcentagens de carbono, hidrogênio, nitrogênio, enxofre e oxigênio** em uma amostra.
- - Suas principais aplicações envolvem o estudo de **amostras líquidas e sólidas**

APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR

PE 2400 CHNOS



APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR

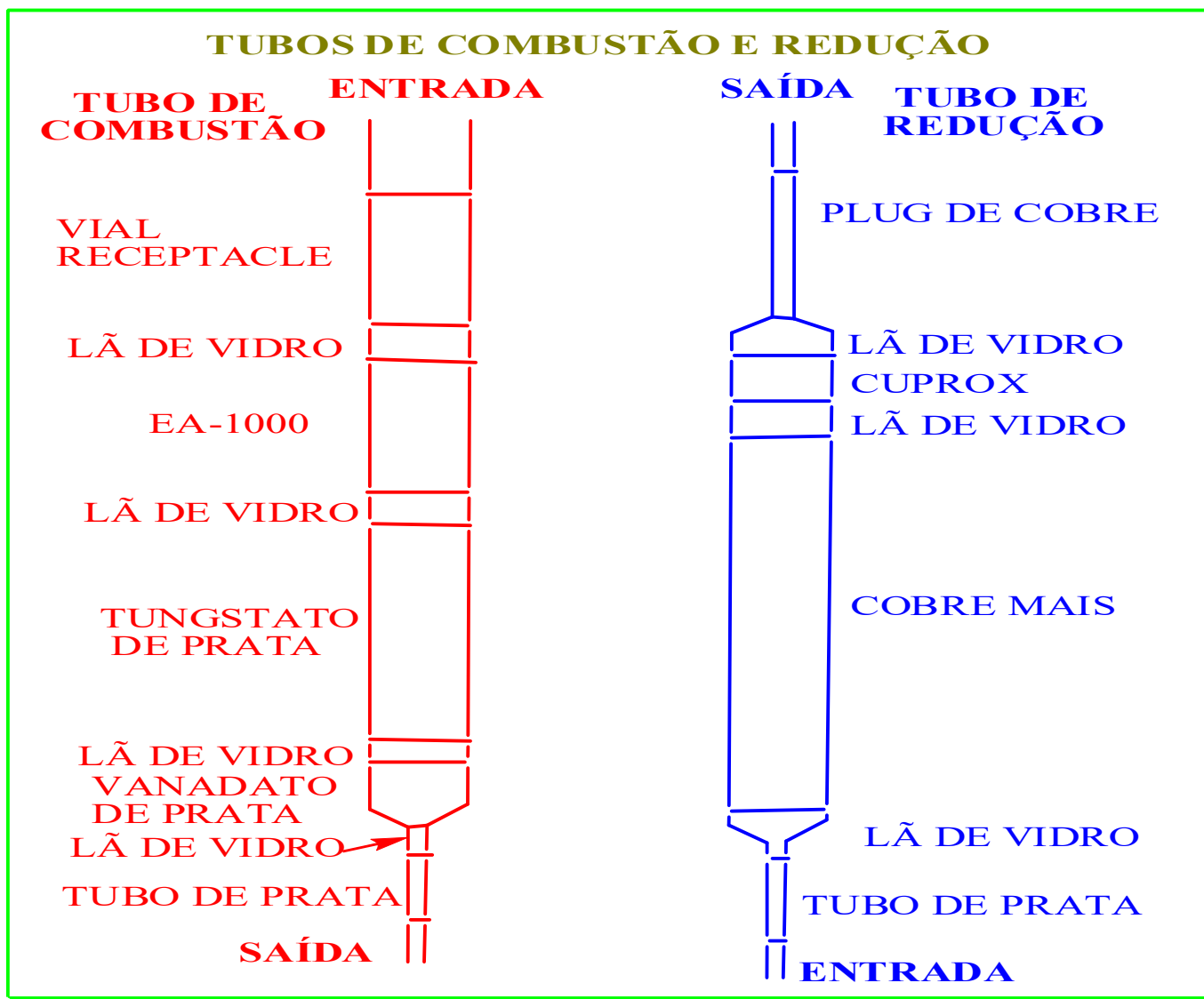


APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR

OBSERVAÇÕES

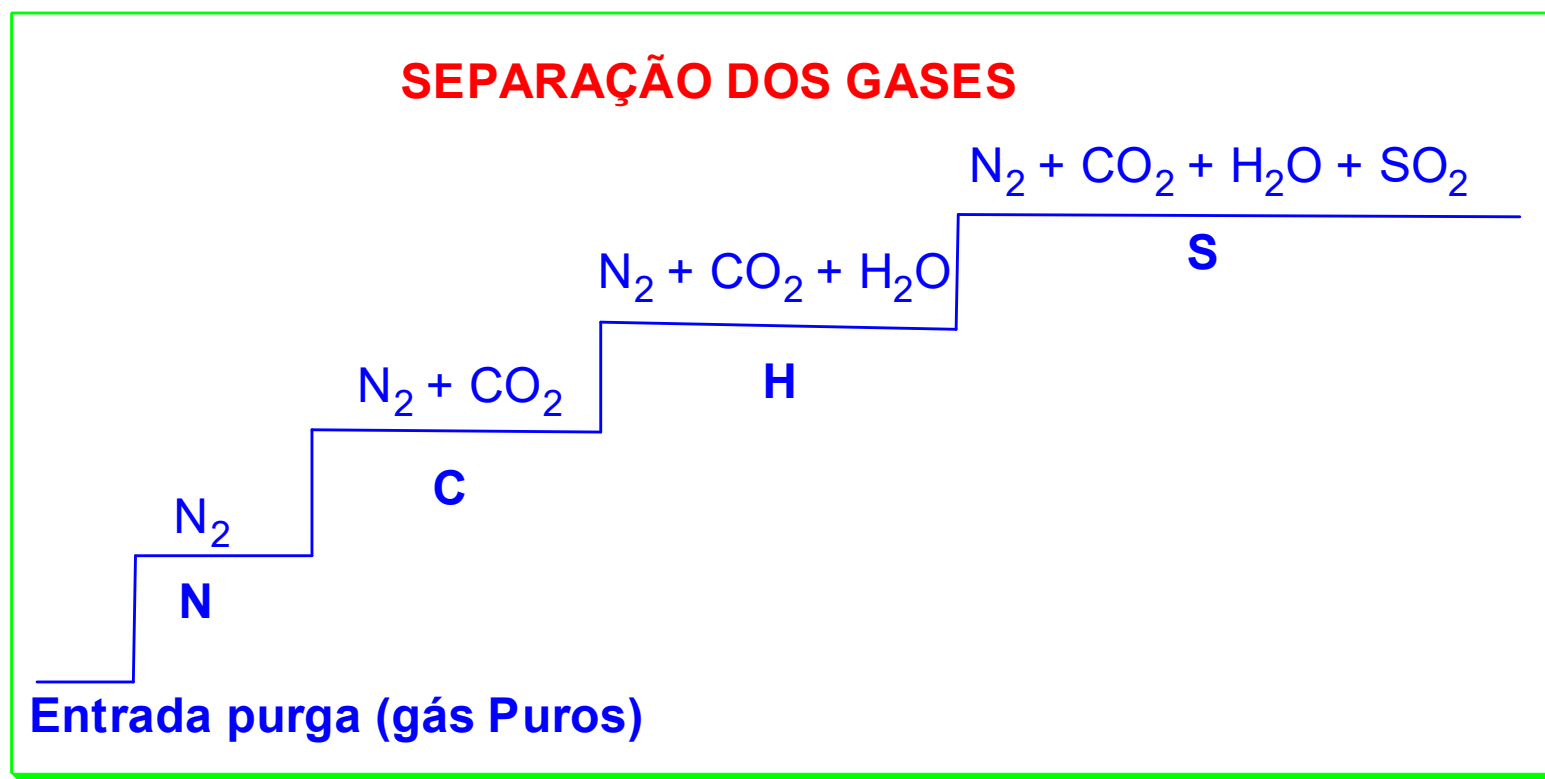
- A válvula do gás hélio esta sempre aberta quando o aparelho esta no standby para purgar a coluna.
- **IMPORTANTE:** Nunca aquecer o detector ligado (quente) sem passar gás hélio.

APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR



APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR

- SEPARAÇÃO DOS GASES (NA COLUNA)



APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR

- CÁLCULO DA SEPARAÇÃO DOS GASES
- Sinal N_2 = Leitura N_2 – Gás 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
- Em primeiro lugar um padrão conhecido é analisado para calibrar o analisador em microgramas.
- Toda a quantificação é realizada com base em porcentagem de peso. (usando uma técnica gravimétrica).
- Na coluna separa uma mistura homogeneizada contínua de gases através de uma coluna cromatográfica especial.

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 (Ver 23º SLIDE) .
- Consequentemente, cada passo torna-se a referência para o sinal subsequente.
- Ex.: C22%H35%O25%S18%

APARELHO DE ANÁLISE ELEMENTAR

- **Cálculo do Branco**
- **As corridas em branco são realizadas através de frascos vazios colocados no analisador.elementar**
- **Valores em branco são usados para fazer a correção necessária para os cálculos dos elementos a serem determinados.**

MANUTENÇÃO

Tempo médio de vida útil dos materiais AE

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

MANUTENÇÃO

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

- Cobre (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

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

MANUTENÇÃO

PERIFÉRICOS NECESSÁRIO

- 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
- Outros Materiais:
- Pinça (03 Unidades; Tesoura (01 Unidade); Bequer grande (06 Unidades); Forma de Inox (02 Unidade); Forma de Plástico (04 unidades)

MANUTENÇÃO

- REAGENTES PARA LIMPEZA (UNIDADES = LITROS)
- Acetona, PA (12 unidades)
- Hexano, PA (06 unidades)
- Acetato de Etila, PA (06 unidades)
- Diclorometano, PA (12 Unidades)
- DMF PA (2 unidades)
- Dimetil Sufóxido PA (02 unidades)
- Álcool Etílico PA (06 unidades)

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).

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, Cap. 1, 2015.

ANÁLISE ELEMENTAR

FIM

ATÉ A PRÓXIMA AULA