

QFL1313 – Química Analítica III

Análise por Injeção em Fluxo

Colóquio do 2º ciclo de experimentos
Cassiana Seimi Nomura

Agradecimentos especiais:



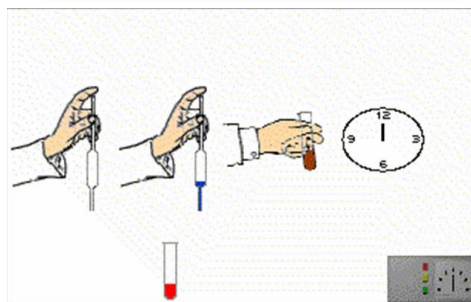
Prof. Dr. Jorge Masini (IQ-USP)



Prof. Dr. Fábio R. P. Rocha (CENA/USP)

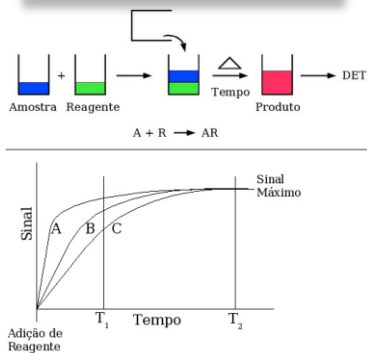
1

Análise em batelada



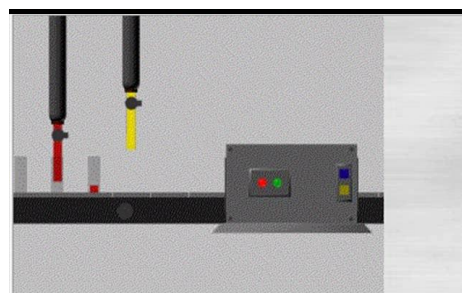
2

Análise em batelada



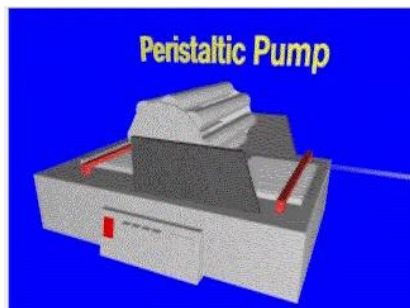
3

Análise em batelada



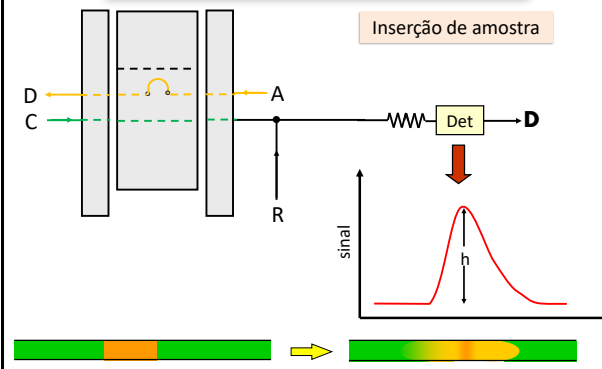
4

Análise em Fluxo

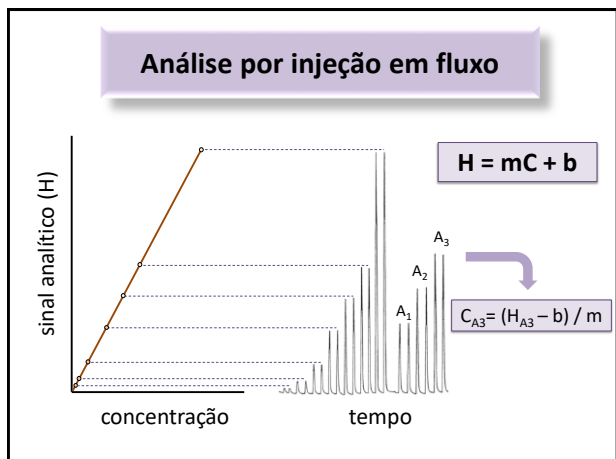


5

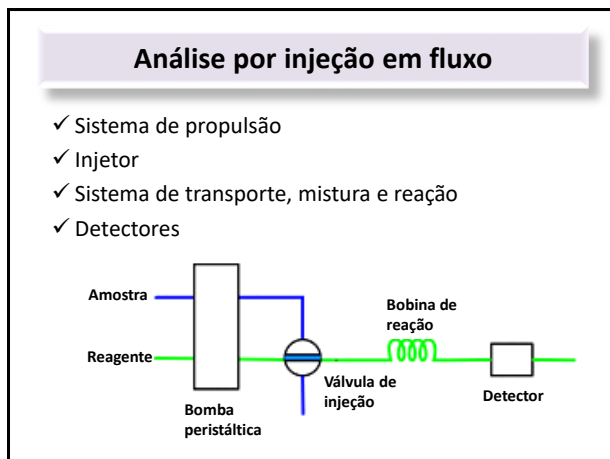
Análise por injeção em fluxo



6



7



8

Sistema de propulsão

- ✓ Bomba peristáltica
- ✓ Bomba de pistão
- ✓ Fluxo gravitacional

9

Inserção da amostra

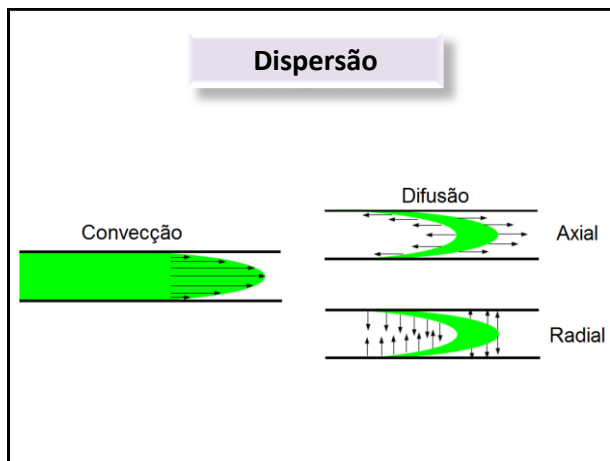
- Injetor proporcional
- Injetor de válvula rotatória

10

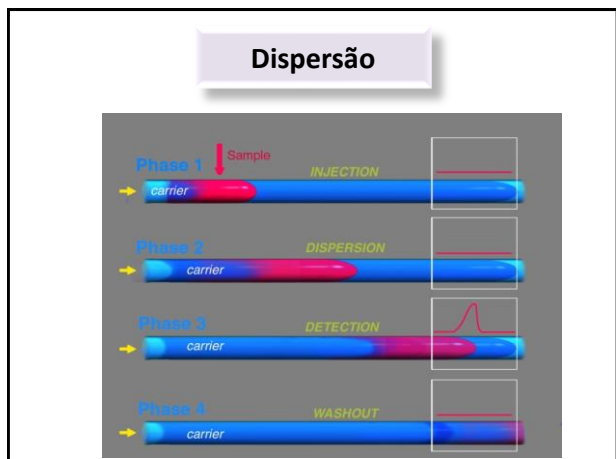
Transporte, mistura e reação

- ✓ Tubos de polietileno
- ✓ Confluências
- ✓ Reatores
 - Bobinas
 - Empacotados
 - Câmara de mistura

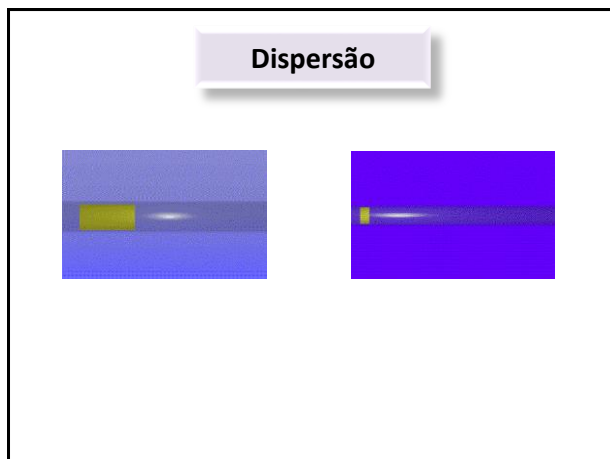
11



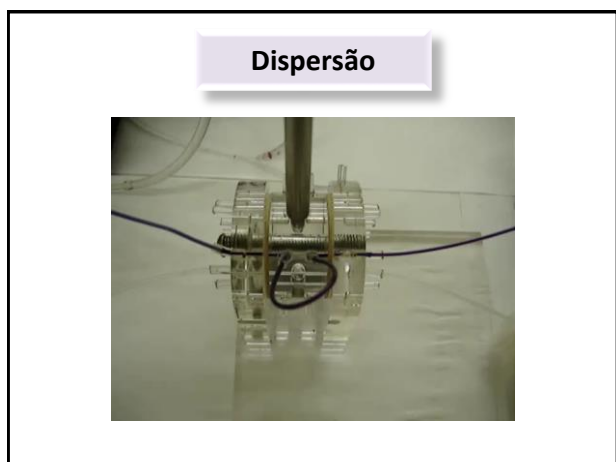
12



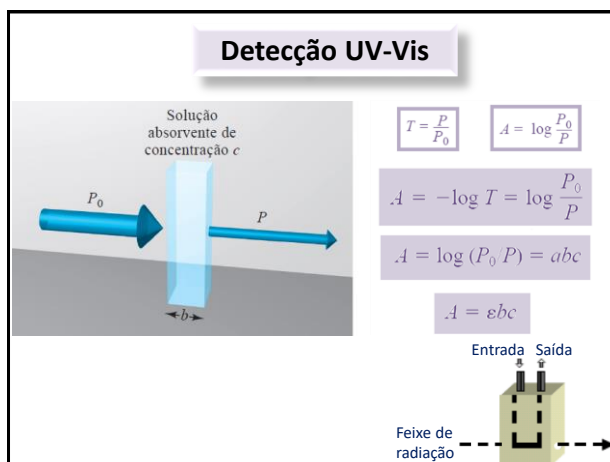
13



14



15



16

Experimentos

➤ Determinação de fosfato

Espectrofotometria

- Amostra de Coca-cola

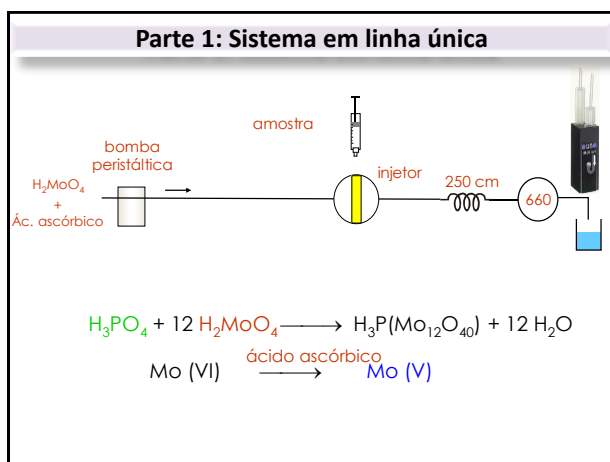
➤ Determinação de paracetamol (4-Acetoamino Fenol ou Acetaminophen)

Amperometria

- Comprimido de Tylenol ou genérico

Cada grupo deve trazer um comprimido de paracetamol (Tylenol ou genérico) e uma lata de coca-cola.

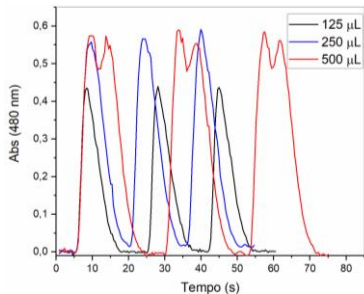
17



18

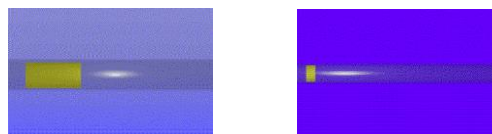
Parte 1: Sistema em linha única

Sinal analítico para diferentes volumes de amostra



19

Dispersão



20

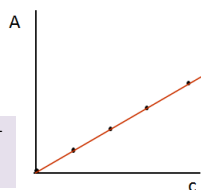
Parte 1: Determinação de fosfato por UV-Vis

100 mg L⁻¹ de P

2 – 4 – 6 – 8 – 10 mg L⁻¹ em PO₄³⁻
V_f = 50 mL

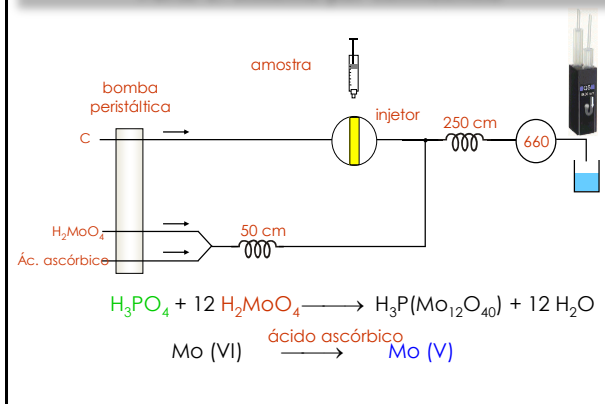
• Preparo da amostra:

- 30 mL de coca-cola
- Sonicação (20 min)
- Diluição



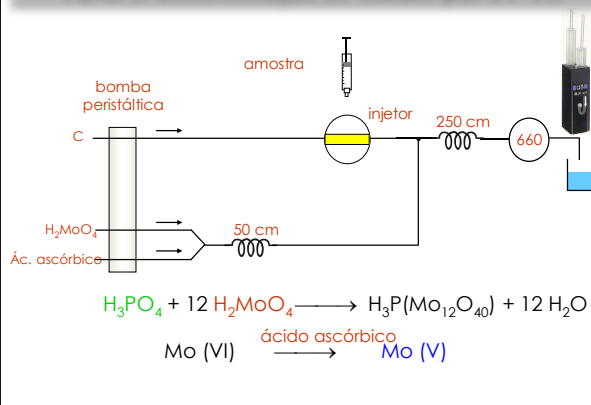
21

Parte 1: Sistema por confluência



22

Parte 1: Determinação de fosfato por UV-Vis



23

Exercício 1: variação do sinal com volume de amostra

1a) Esboçar o sinal analítico para diferentes volumes de amostra ($v = 125 \mu\text{L}, 250 \mu\text{L}, 500 \mu\text{L}$)

1b) Qual volume será adotado? Justifique.

24

Exercício 2: parada de fluxo

Sinal sem parada de fluxo: Sinal com parada de fluxo:

25

Parte 1: Determinação de fosfato por UV-Vis

26

Parte 2: Determinação de Paracetamol por amperometria

4 g L⁻¹ de 4-acetoamino fenol ^A

4 – 6 – 12 – 16 – 20 mg L⁻¹
V_f = 50 mL

- Preparo da amostra:
 - Comprimido de Tylenol
 - Sonicação (20 mim)
 - Decantação
 - Diluição

27

Parte 2: Determinação de Paracetamol por amperometria

28

Parte 2: Determinação de Paracetamol por amperometria

29

Exercício 3:

3) Proponha outra configuração FIA para determinação de fosfato em coca-cola destacando as vantagens e/ou dificuldades desse novo sistema.

30

Bibliografia

- ❑ SKOOG, D.A.; HOLLER, F.J.; NIEMAN, T.A.; Principles of Instrumental Analysis, 5a ed., Harcourt Brace, 1998;
- ❑ RUZICKA, J.; HANSEN, E.H.; Flow Injection Analysis, 2a ed., John Willey, New York, 1988
- ❑ B.F. Reis, M.F. Giné, E.A.M. Kronka, *Química Nova*, 12(1), 1989, 82
- ❑ F.R.P. Rocha, P.B. Martelli, B.F. Reis, *Química Nova*, 23(1), 2000, 119.