

4ª Lista de Exercícios

1. Com relação à cromatografia a gás, cite três grupos de compostos orgânicos que podem ser analisados por esta técnica.

1. Quais são os gases de arraste mais comuns usados na cromatografia a gás? Qual é a finalidade desse gás?

3. Se o copolímero EVA (Etileno Vinil Acetato) perde 15% de sua massa no primeiro estágio de perda à temperatura de 390 °C, faça um esboço deste termograma e calcule a porcentagem de composição do copolímero.

4. O que significa o termo “fase estacionária” em cromatografia gasosa?

5. Qualquer tipo de composto orgânico pode ser analisado por cromatografia gasosa?

6. Qual o tipo de coluna (polar ou apolar) seria mais adequada para separar as seguintes misturas:

- a) Álcoois;
- b) ácidos graxos;
- c) parafinas.

7. Sendo você o responsável pelo laboratório de controle de qualidade de uma grande indústria e necessita realizar as seguintes análises:

- I) um sólido contaminado com chumbo e zinco;
- II) pureza do vinagre;
- III) CO, CO₂ e N₂ no ar.

Tendo em vista que o referido laboratório dispõe das seguintes técnicas:

- I) ICP-OES;
- II) Cromatografia gasosa;
- III) Condutimetria;

8. A EFICIÊNCIA de uma coluna é expressa em número de pratos teóricos (n) ou a altura equivalente do prato teórico (HETP). Assume-se que a coluna possa ser visualizada como uma divisão de seções imaginárias chamadas de pratos. A cada prato a partição do soluto entre a fase móvel e a fase estacionária é rápida e o equilíbrio é alcançado antes do soluto se mover para o próximo prato.

$$n = 16 \left(t_r / w_b \right)^2 \quad (t_r \text{ é tempo de retenção; } w_b \text{ é largura do pico na base)}$$

$HEPT = \frac{L}{n}$ (L é o comprimento da coluna (cm); n é o número de pratos teóricos)

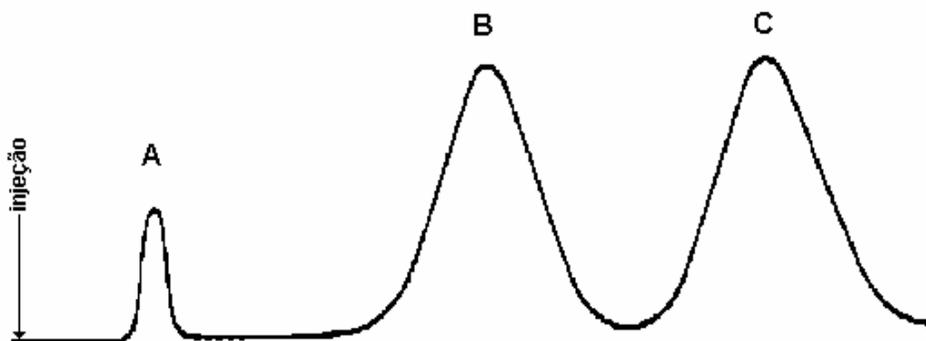
Correlacionando eficiência com altura equivalente do prato teórico (HEPT), tem-se:

Eficiência	HEPT
Excelente	< 0,06
Boa	0,06 - 0,10
Aceitável	0,10 - 0,15
Má	0,30

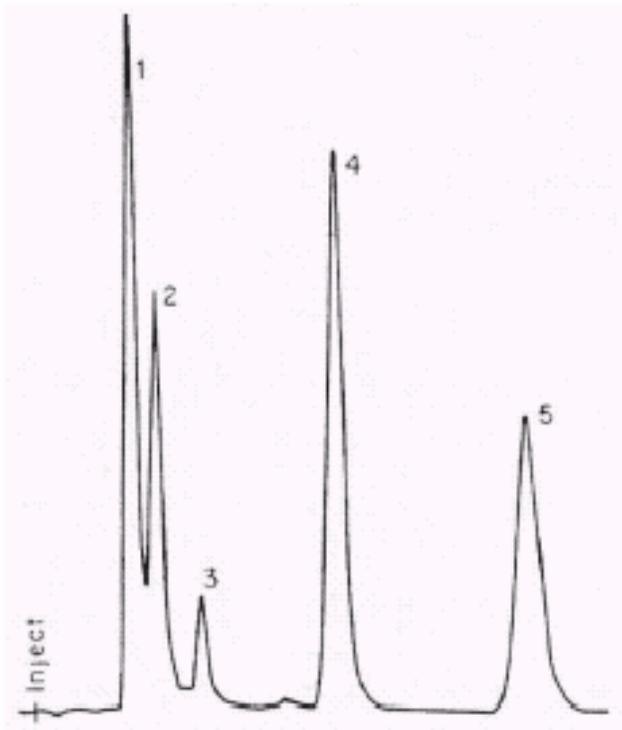
Portanto, quanto maior o número de pratos teóricos (n), menor a altura equivalente do prato teórico (HEPT), e, portanto, maior a eficiência. A resolução (R) cromatográfica é determinada pela equação: $R = 2(t_{rj} - t_{ri}) / W_{bi} + W_{bj}$

Baseados no acima descrito, e no cromatograma hipotético mostrado na figura abaixo, determine:

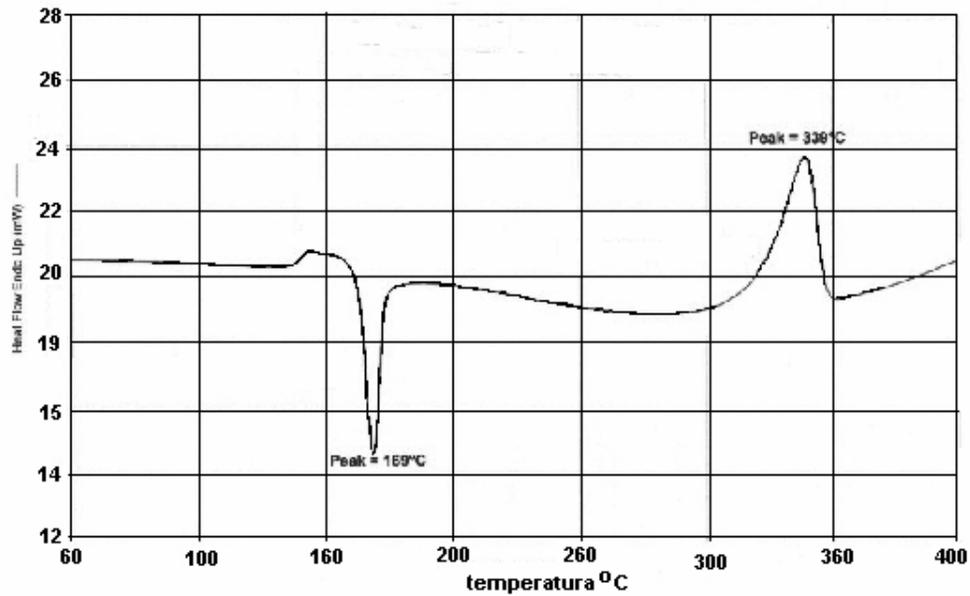
- O tempo de retenção dos picos A, B e C (t_{rA} , t_{rB} e t_{rC});
- A largura na linha de base dos picos B e C (W_B e W_C);
- Determine a resolução entre os picos B e C;
- O número de pratos teóricos (n);
- A altura equivalente do prato teórico (HETP) da coluna de 25 cm de comprimento.
- Determine a eficiência da coluna



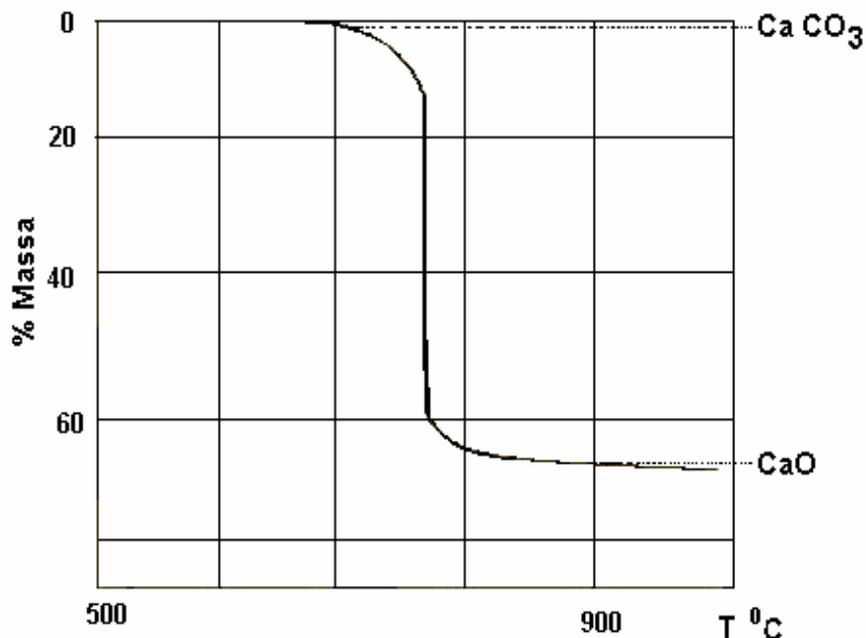
9. Para os dois últimos picos do cromatograma da figura abaixo, calcule o número de pratos teóricos, a altura de um prato e a eficiência da coluna (L=30,0 cm).



9. A figura abaixo representa uma curva típica de Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC). Que tipo de informações fornecem os picos em 169 e 338°C?



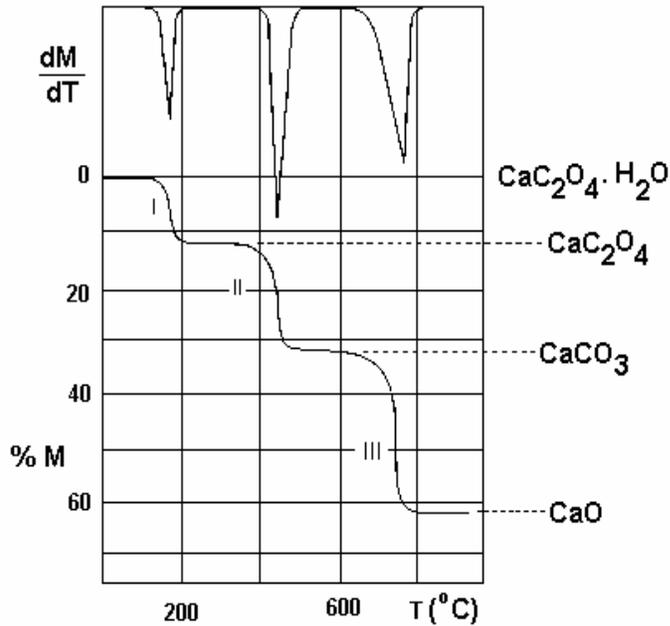
10. O gráfico abaixo representa a análise de uma mistura de carbonato CaCO_3 e CaO aquecida a $3^\circ\text{C}/\text{min}$, na presença de ar, em cadinho de platina.



Com base na análise do gráfico:

- a) A técnica utilizada é a cromatografia gasosa a condutimetria ou a termogravimetria;
 - b) Indique a temperatura aproximada em que ocorre a perda de monóxido de carbono e o limite de temperatura em que o carbonato de cálcio permanece estável, explicando como isso ocorre;
- IV) c) Entre 500 a 900 °C a massa do carbonato diminui de 125,3 mg para 95,4 mg. Sabendo-se que as massa atômicas do cálcio, carbono e oxigênio são, respectivamente, 40,12 e 16, calcule a porcentagem de CaCO_3 na amostra.

11. O gráfico abaixo representa a análise do oxalato de cálcio (II) monohidratado, aquecido a $3^\circ\text{C}/\text{min}$, na presença de ar, em cadinho de platina.



Com base na análise do gráfico,

- V) a técnica utilizada é a cromatografia gasosa a condutimetria ou a termogravimetria;
- VI) indique a temperatura aproximada em que ocorre a perda de monóxido de carbono e o limite de temperatura em que o carbonato de cálcio permanece estável, explicando como isso ocorre;
- VII) indique o percentual de massa perdida, a 800 °C.

12. Faça um esquema de um cromatógrafo a gás, indicando suas principais partes,

13. Qual é a vantagem da programação da temperatura na cromatografia gasosa?

14. Explique o funcionamento dos seguintes detectores:

- Conductividade térmica;
- Ionização de chama;
- Captura de elétrons.

15. A equação de van Deemter relaciona a altura de um prato teórico (H) ou (HEPT) com a velocidade linear do fluxo de fase móvel (μ) que percorre a coluna cromatográfica.

$$H = A + B/\mu + (CM + CE)\mu$$

- Explique o significado dos termos A, B, CM e CE que aparecem na equação.
- Faça um esboço do gráfico obtido a partir desta equação, explicando a contribuição de cada um destes termos.

16. As colunas cromatográficas podem ser classificadas em duas grandes categorias: empacotadas e não-empacotadas. Aponte as principais vantagens, desvantagens e aplicações entre elas.

17. Quais as vantagens da injeção “on-column” a frio em relação às técnicas de vaporização instantânea “split e splitless”.

18. Qual ou quais os procedimentos para realizar uma análise cromatográfica quantitativa?

19. Pode-se empregar um detector de captura de elétrons para a análise de hidrocarbonetos, álcoois e cetonas? Justifique sua resposta.

20. Aponte as principais aplicações para os detectores de condutividade térmica (DCT) e ionização de chama (DIC).

21. As substâncias A e B apresentam tempo de retenção de 16,40 e 17,63 min, respectivamente, em uma coluna de 30,0 cm. Uma espécie não retida passa através da coluna em 1,30 min. As larguras da base dos picos A e B são 1,11 e 1,21 min, respectivamente. Calcule:

- a) a resolução da coluna;
- b) o número médio de pratos na coluna;
- c) a altura de prato;