

Equipamentos e Técnicas laboratoriais:

Amostragem e separação de misturas

Profa. Melissa Kayser

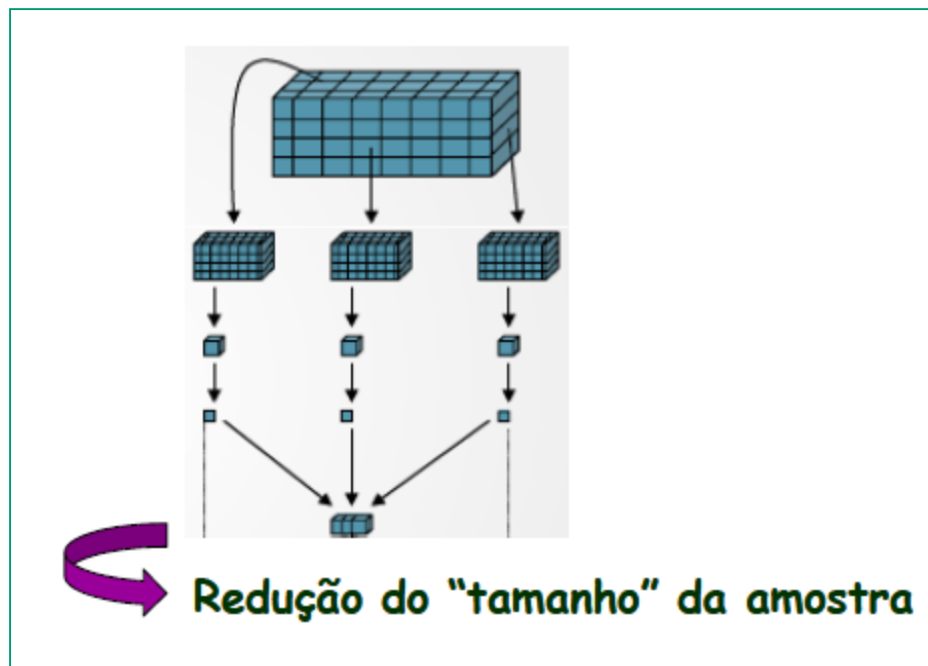
melissa.kayser@ifsc.edu.br

Curso Técnico em Análises Químicas

Unidade Curricular: CPGL

AMOSTRAGEM

É a coleta de uma porção (ou alíquota) de uma amostra para a realização da análise.



AMOSTRAGEM

Deverá levar a resultados representativos e reprodutivos

Na prática:

Estabelecer ou seguir um protocolo
de amostragem apropriado
(amostras homogêneas x amostras heterogêneas)



Minimizando as incertezas relacionadas
à amostragem: - **Erros sistemáticos**
- **Erros de amostragem**

Acondicionar a amostra adequadamente
para que se mantenha íntegra
até o momento da análise

Erros durante a amostragem

- **Contaminação**
- **Oxidação**
- **Alteração na umidade**
- **Perda de compostos voláteis**

AMOSTRAGEM

Tipos de amostras

AMOSTRAS HOMOGÊNEAS

- Gases e líquidos: Qualquer porção é representativa. Apenas realizar agitação.

Sólidos:

Material homogêneo: analito apresenta-se bem distribuído por toda a amostra.

Material heterogêneo: analito apresenta-se não tão bem distribuído por toda a amostra, a amostra apresenta diferença quanto ao tamanho de partículas.

Como Proceder a amostragem: Retirar pequenas porções da amostra e triturar em almofariz ou moinho



AMOSTRAGEM

Tipos de amostras

AMOSTRAS HETEROGÊNEAS

- Rochas, Minerais, Minérios, Solos e Sedimentos
 - » Podem apresentar composição diferente em porções retiradas ao acaso → os cuidados com a amostragem e preparação devem ser redobrados.
 - » Deve ser considerado que a amostra de laboratório, com massas entre 0,1 a 10 g, pode representar toneladas de material, exigindo cuidadosa definição do procedimento de amostragem e preparação para análise.



Os "pontos escuros" correspondem a determinados compostos e que não se distribuem de forma homogênea

Tratamentos preliminares - Moagem

2) PULVERIZAÇÃO

(Pode ser usada após a britagem)

- A amostra será colocada na granulometria desejada.
 - Manualmente, por meio de um grau com pistilo, construído em ágata, porcelana, quartzo, ferro ou outro material, dependendo do interesse e da análise que será realizada.



Equipamentos utilizados



PRENSA:





Tratamentos preliminares - Moagem

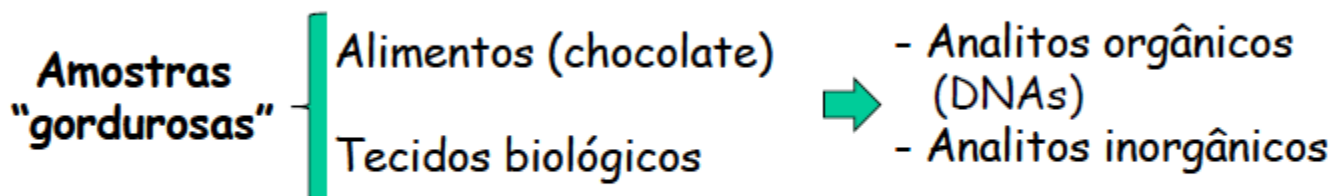
PULVERIZAÇÃO

- Com sistemas automatizados a pulverização pode ser conseguida com maior facilidade e rapidez, tanto para volumes maiores como menores, garantindo também maior homogeneidade para a composição e para a granulometria.

*** MOINHOS DE BOLA →**



Tratamentos preliminares - Moagem



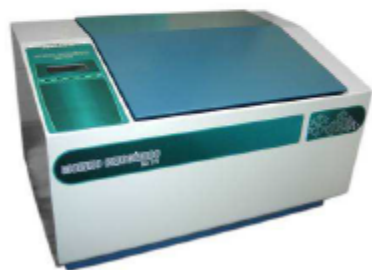
PULVERIZAÇÃO POR CRIOGENIA

(aplicável também para outros tipos de amostras como ossos e cabelo)

* MOINHOS CRIOGÊNICOS

Operam à baixas temperaturas ($N_2(l)$)

Aplicam-se a pequenas quantidades (p. ex. 0,1 - 5 g de amostra)



-
- Amostra → cilindro de polycarbonato → congelamento (com barras moedoras de aço)
 - Moagem (agitação do cilindro)

<http://www.inovamaq.com.br/moinho-pulverizador-criogenico/>

Tratamentos preliminares - Moagem

ETAPA FINAL: PENEIRAÇÃO

Controle do PSD

- UTILIZADA PARA SELECIONAR UMA GRANULOMETRIA ESPECÍFICA
 - AS PENEIRAS PODEM APRESENTAR GRANULOMETRIA EM

MESH e mm

- 80 mesh = 0,177 mm = 80 tyler
- 100 mesh = 0,149 mm = 100 tyler
- MAIOR VALOR mesh → MENOR VALOR mm



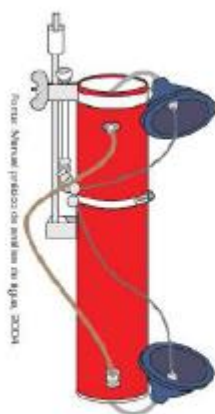
EXEMPLOS DE AMOSTRAGEM

→ Água de um rio ou lago (água superficial)

→ Quantos pontos serão amostrados e como?

→ Cada ponto será amostrado em replicata?

→ Qual a quantidade mínima de amostra necessária para a realização das análises no laboratório?



Garrafa de Van
Dorn vertical



EXEMPLOS DE AMOSTRAGEM

→ Sólidos particulados e gases (emissões atmosféricas)

1) Adicionar um **filtro** que adsorva os analitos diretamente na fonte

2) Utilizar uma bomba que aspire as emissões no ambiente, de forma que os analitos fiquem retidos em um **filtro**



<http://www.fasteronline.com.br/products/bomba-de-amostragem-de-ar-222-3-kit-completo>

Tratar os **filtros** como se fossem a "própria amostra", de acordo com o tipo de análise a ser realizada

Utensílios para amostragem de solo

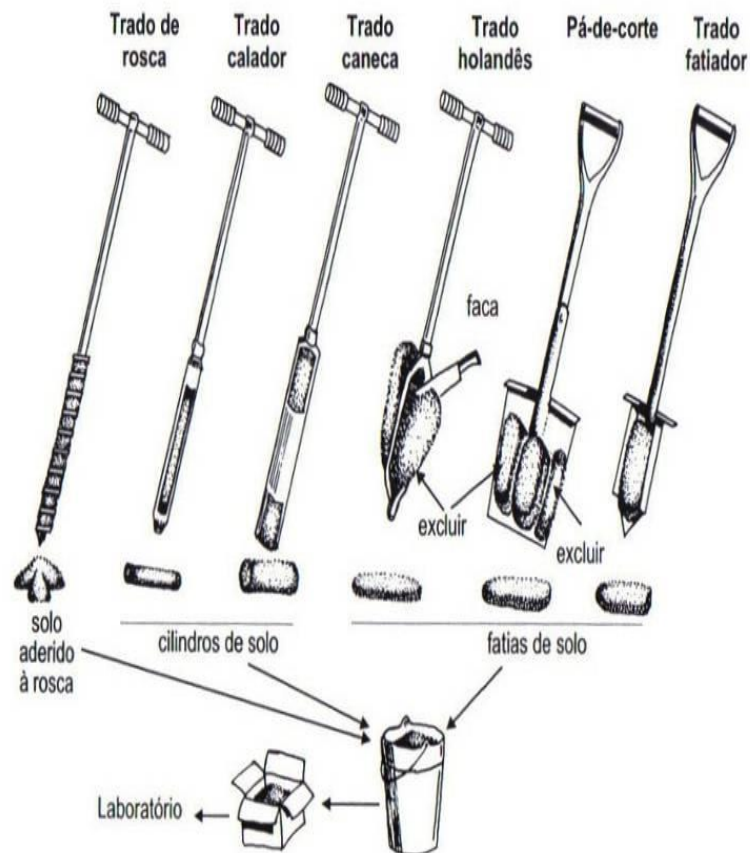
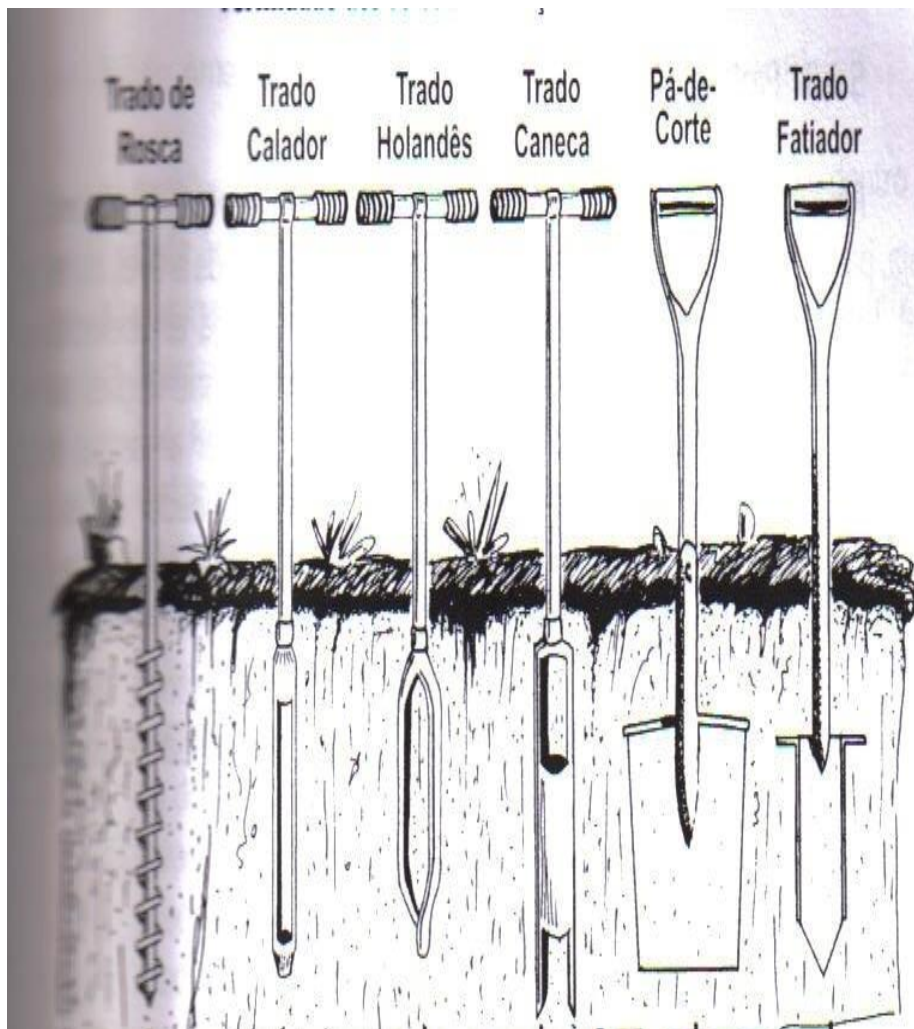
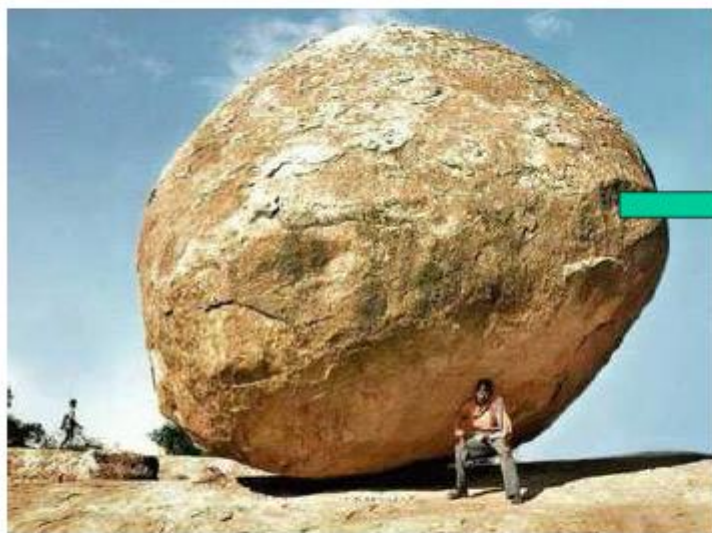


Figura 3.3. Procedimentos de amostragem no sistema convencional com diferentes amostradores de solo.

EXEMPLOS DE AMOSTRAGEM

→ Materiais sólidos não pulverizados



Retirada de uma ou mais
porções representativas

- Processamento
- Homogeneização (quarteamento)



Obtenção da amostra laboratorial
(no "tamanho" adequado)

AMOSTRAGEM:

Acondicionamento da amostra



Coleta de *Anomalocardia brasiliana*. Nano, RMW. "Determinação de Íons Metálicos em Moluscos Bivalves do Manguezal da Região Petrolífera de São Francisco do Conde Recôncavo Bahiano", Tese de doutorado, Unicamp, Campinas - SP, 2006.



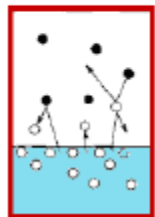
AMOSTRAGEM:

Acondicionamento da amostra

→ Deve evitar que processos físicos, químicos e biológicos alterem a composição da amostra

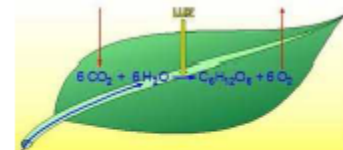
PROCESSOS FÍSICOS

Volatilização
Adsorção } em superfícies
Difusão }



PROCESSOS QUÍMICOS

Reações fotoquímicas
Oxidações
Precipitações



PROCESSOS BIOLÓGICOS

Biodegradação
Reações enzimáticas



→ ENTRETANTO não há como manter a integridade de uma amostra indefinidamente

AMOSTRAGEM:

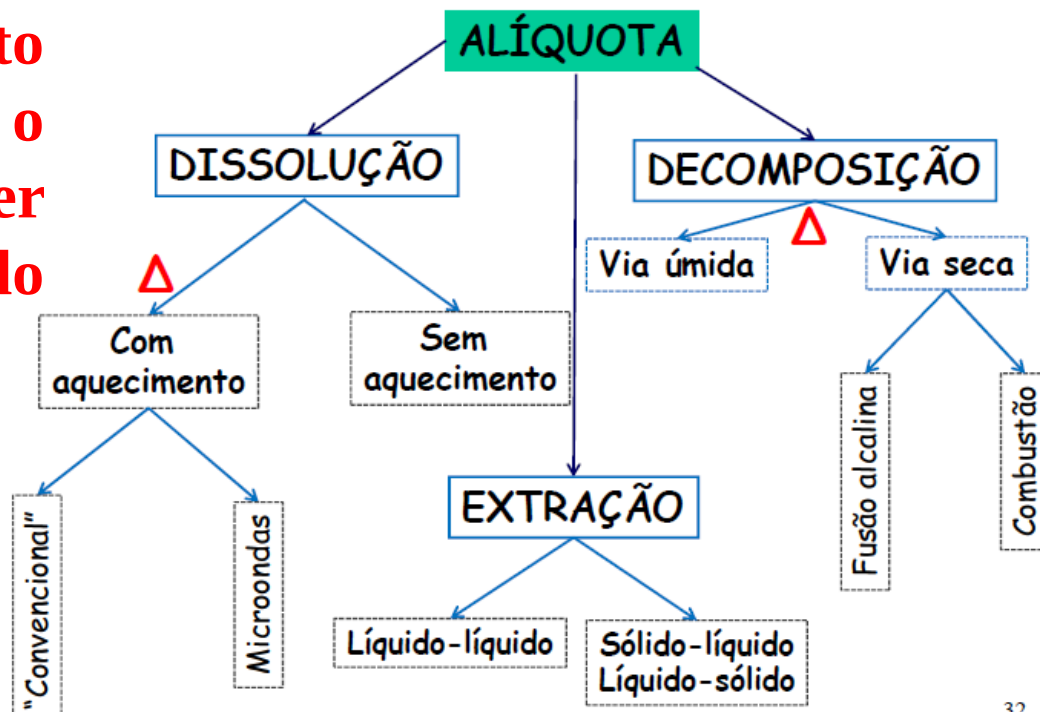
Acondicionamento da amostra

Parâmetro	Preservação	Frasco	Validade
pH e temperatura	—	—	Imediatamente <i>in situ</i>
Br ⁻ , Cl ⁻ e F ⁻	—	Plástico ou vidro	Até 28 dias
Cl	—	Plástico ou vidro	Imediatamente <i>in situ</i>
I ⁻	Refrigeração em 4 °C	Plástico ou vidro	Até 24 horas
NO ₃ ⁻ , NO ₂ ⁻	Refrigeração em 4 °C	Plástico ou vidro	Até 48 horas
S ²⁻	Refrigeração em 4 °C, adição de ZnAc ₂ e NaOH até pH 9	Plástico ou vidro	Até 7 dias
Metais dissolvidos	Filtrar <i>in situ</i> , acidificar (pH 2) com HNO ₃	Plástico	6 meses
Metais totais	acidificar (pH 2) com HNO ₃	Plástico	6 meses
Cr(VI)	Refrigeração em 4 °C	Plástico	24 horas
Hg	acidificar (pH 2) com HNO ₃	Plástico	28 dias
Carbono orgânico	Refrigeração em 4 °C, adição de H ₃ PO ₄ até pH 2	Plástico ou vidro âmbar	28 dias
PCBs	Refrigeração em 4°C	Vidro ou teflon	7 dias para extrair, 40 dias depois
DBO e DQO	Refrigeração em 4°C	Plástico ou vidro	48 e 28 h (respectivamente)

TRATAMENTO DA AMOSTRA

O objetivo da tratamento da amostra é tornar o analito disponível para ser medido, conforme o método analítico escolhido.

O Preparo da Amostra



Instrumentos para Digestão de Amostras em Frasco Aberto

Formas de aquecimento (sistemas abertos):



Banhos termostáticos

- sem agitação
- com agitação



Chapa de aquecimento



Bloco digestor

Tipos de análise

✓ **Análise elementar:** determina-se a quantidade de cada elemento na amostra, sem levar em consideração os compostos realmente presentes.



C, N, O, S

✓ **Análise parcial:** determina-se apenas certos constituintes da amostra.



Glicose no sangue



✓ **Análise de constituintes-traço:**
caso especial da análise parcial, na qual determina-se constituintes que estão presentes em quantidades muito pequenas.

✓ **Análise completa:** determina-se a proporção de cada componente da amostra.

COMPOSIÇÃO DOS GRÃOS DE QUINUA EM RELAÇÃO A OUTROS CEREAIS (100g)			
	Quinoa	Trigo	Aveia
Calorias (Kcal)	336	330	405
Carboidrato (g)	68,3	71,6	68,5
Proteína (g)	12,1	9,2	10,6
Lipídio (g)	6,1	1,5	10,2
Água (g)	10,8	16,5	9,3
Fósforo (mg)	302	224	321
Cálcio (mg)	107	36	100
Fibras (g)	6,8	3	2,7
Cinzas (g)	2,7	1,1	1,5
Ferro (mg)	5,2	4,6	2,5
Tiamina (mg)	1,5	0,2	0
Niacina (mg)	1,2	2,8	0
Riboflavina (mg)	0,3	0,8	0
Ácido Ascórbico (mg)	1,1	0	0

Fonte: PROCISUR - ICCA, 1997 (Programa Cooperativo para el Desarrollo Tecnológico Agropecuario del Cono Sur - Instituto Interamericano de Cooperación para la Agricultura) www.infoagro.gov.br/index1.htm

Classificação das análises químicas de acordo com o tamanho da amostra

Tipo de análise	Quantidade de amostra
Macro	$> 0,1 \text{ g}$
Meso (semimicro)	de 10^{-2} a 10^{-1} g
Micro	de 10^{-3} a 10^{-2} g
Submicro	de 10^{-4} a 10^{-3} g
Ultramicro	$< 10^{-4} \text{ g}$

Classificação das análises químicas de acordo com a proporção do constituinte

Tipo de constituinte	Percentagem do constituinte
Constituinte principal	1 a 100%
Microconstituinte	0,01 a 1%
Traço	10^{-2} a 10^{-4} ppm
Microtraço	10^{-4} a 10^{-7} ppm
Nanotraço	10^{-7} a 10^{-10} ppm

Definição de réplicas das amostras

- Realizar a análise química em réplicas
Triplicata ou duplicata
 - Qualidade dos resultados
 - Governo brasileiro (Anvisa)
variação de até 20 % do valor
declarado pelo rótulo
-

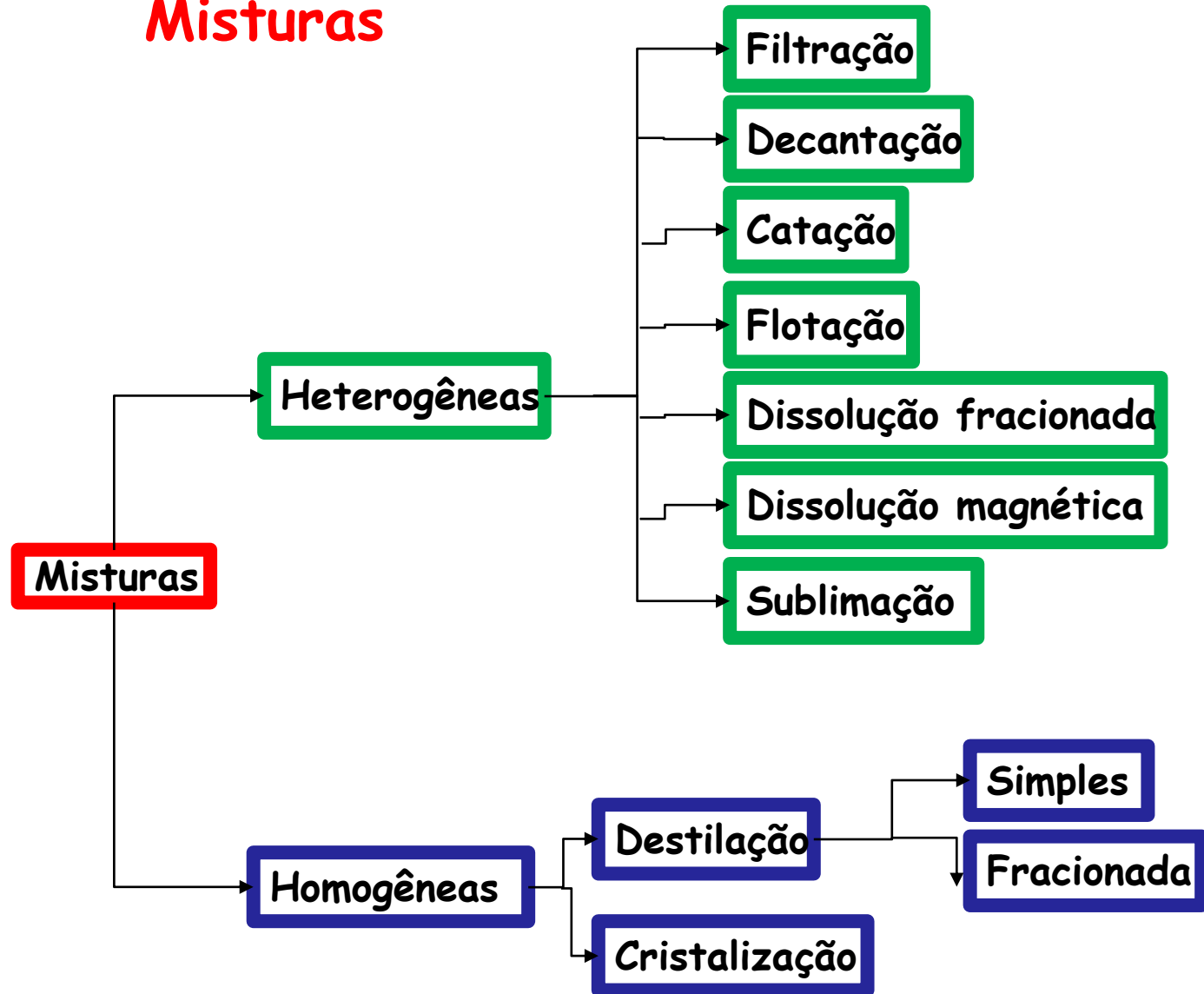


Preparo de soluções: alterações físicas e químicas

- Análises químicas são realizadas com soluções das amostras.
 - Solvente deve dissolver a amostra não levar a perda ou alterar o analito.
 - Tratamentos com soluções aquosas de ácidos fortes, bases fortes, agentes oxidantes, agentes redutores.
-

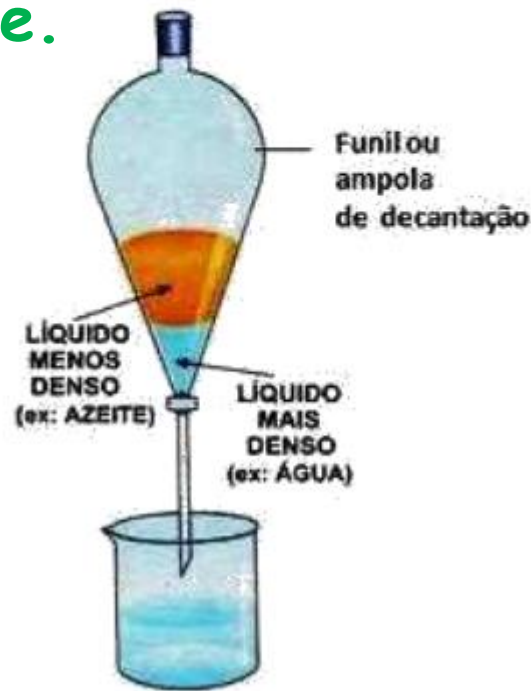
Separação de misturas

Separação de Misturas



Separação que ocorre por $\neq$ de densidade, onde a mais densa se depositará no fundo do recipiente.

Separação de misturas *Decantação*

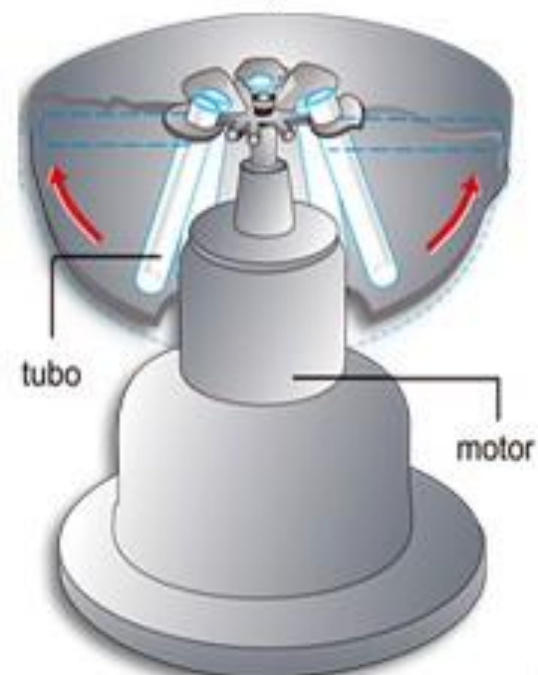


Decantação



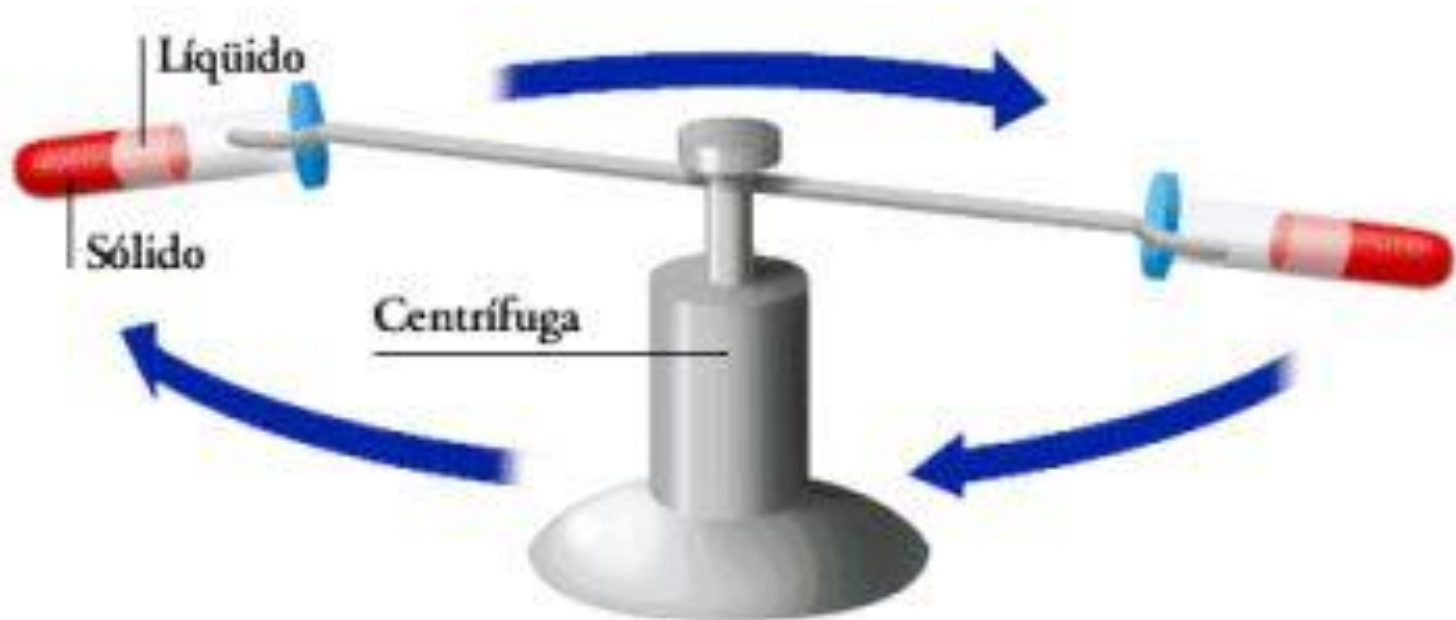
Centrifugação

Acelera o processo de decantação ou quando a decantação não funciona.



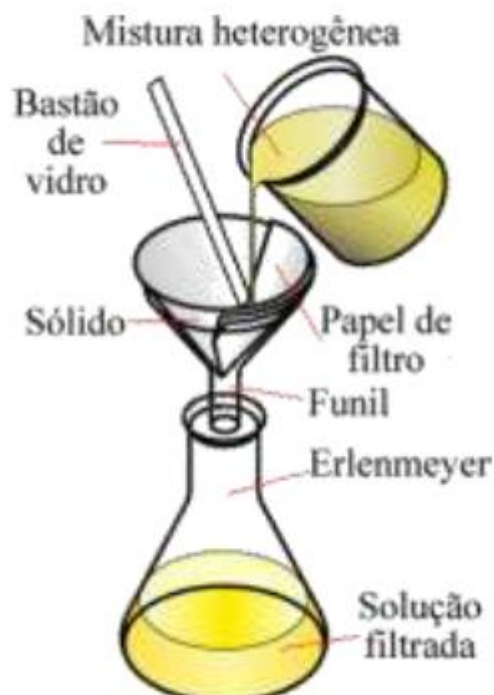
Centrifugação

- Separa sólido do líquido
- Separa líquidos de $\neq$ densidades



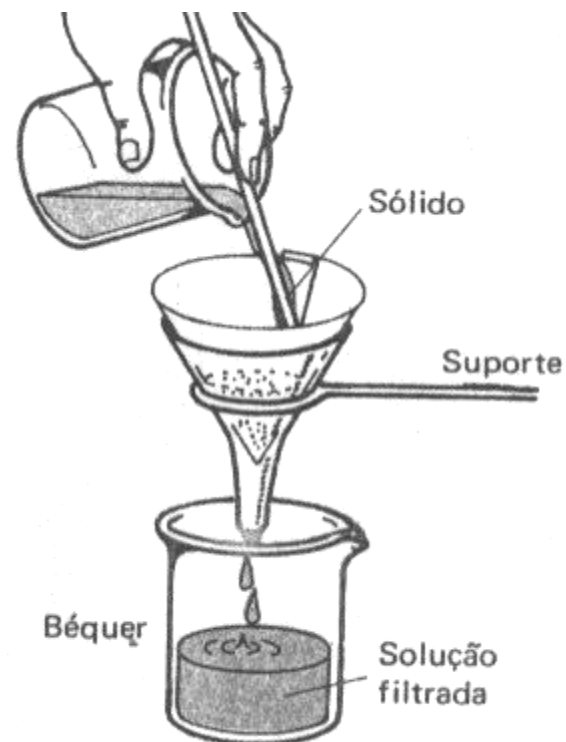
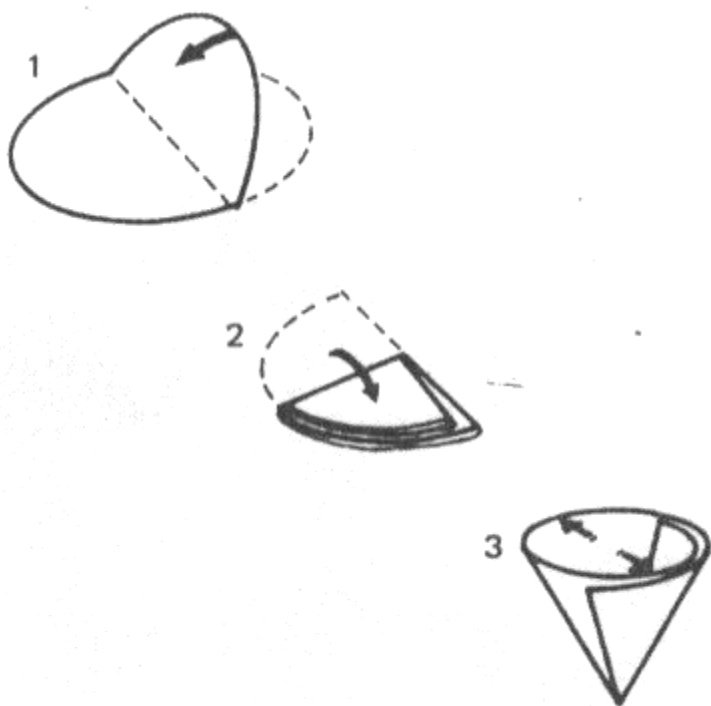
Filtração Simples

Separar misturas heterogêneas sólido-líquido.



Filtração Simples

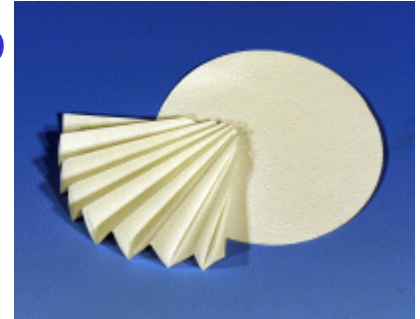
Consiste em despejar a mistura sobre uma superfície porosa apropriada: o papel de filtro.



O Papel de Filtração

Papel Filtro Qualitativo:

- Não tem teor de cinzas pré - determinado;
- No entanto, o **resíduo retido e o filtrado** podem ser utilizados



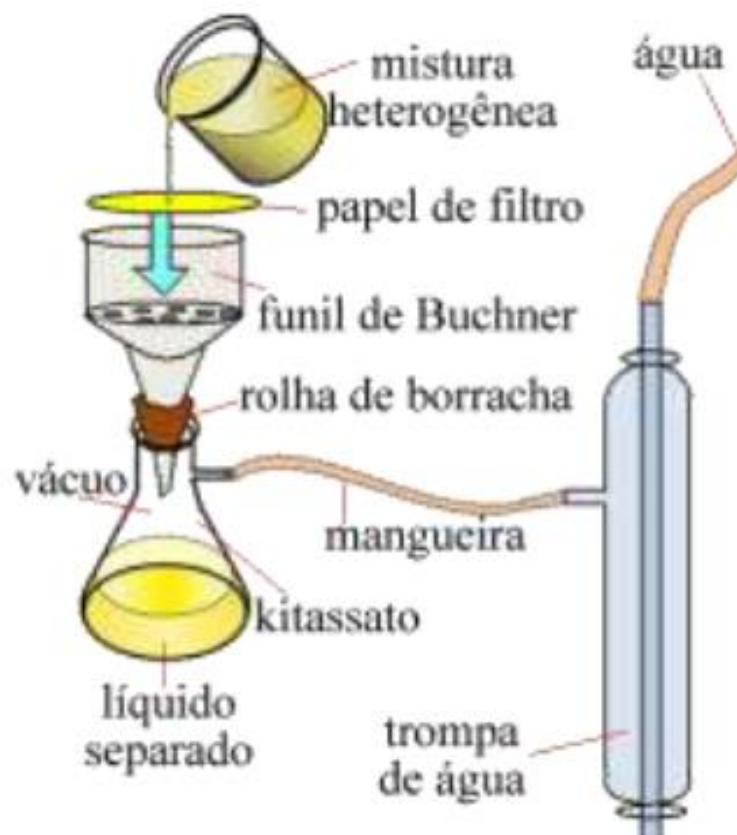
Papel Filtro Quantitativo:

- Teor de cinzas pré - determinado, utilizado em medidas **Gravimétricas** (Ex: determinação de sólidos suspensos, Teor de cinzas em alimentos)
- O **resíduo retido e o filtrado** podem ser utilizados

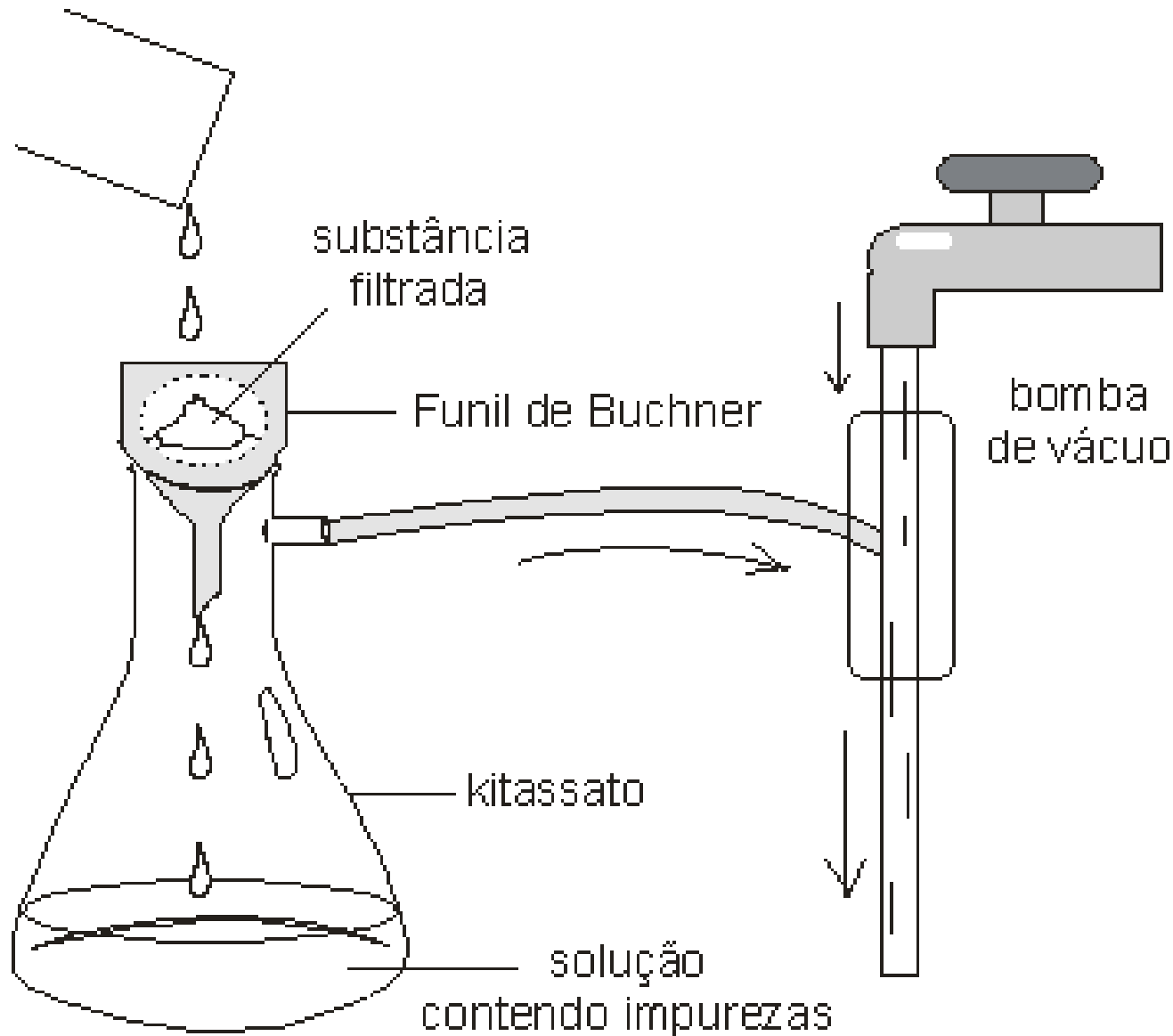
Filtração a vácuo

Acelerar a filtração simples foi desenvolvido um processo chamado filtração a vácuo.

Consiste em usar a força do vácuo para sugar a parte líquida da mistura deixando a parte sólida no papel de filtro.



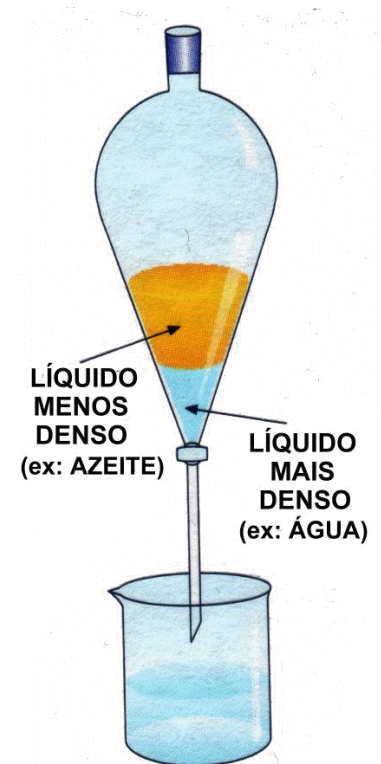
Filtração a vácuo



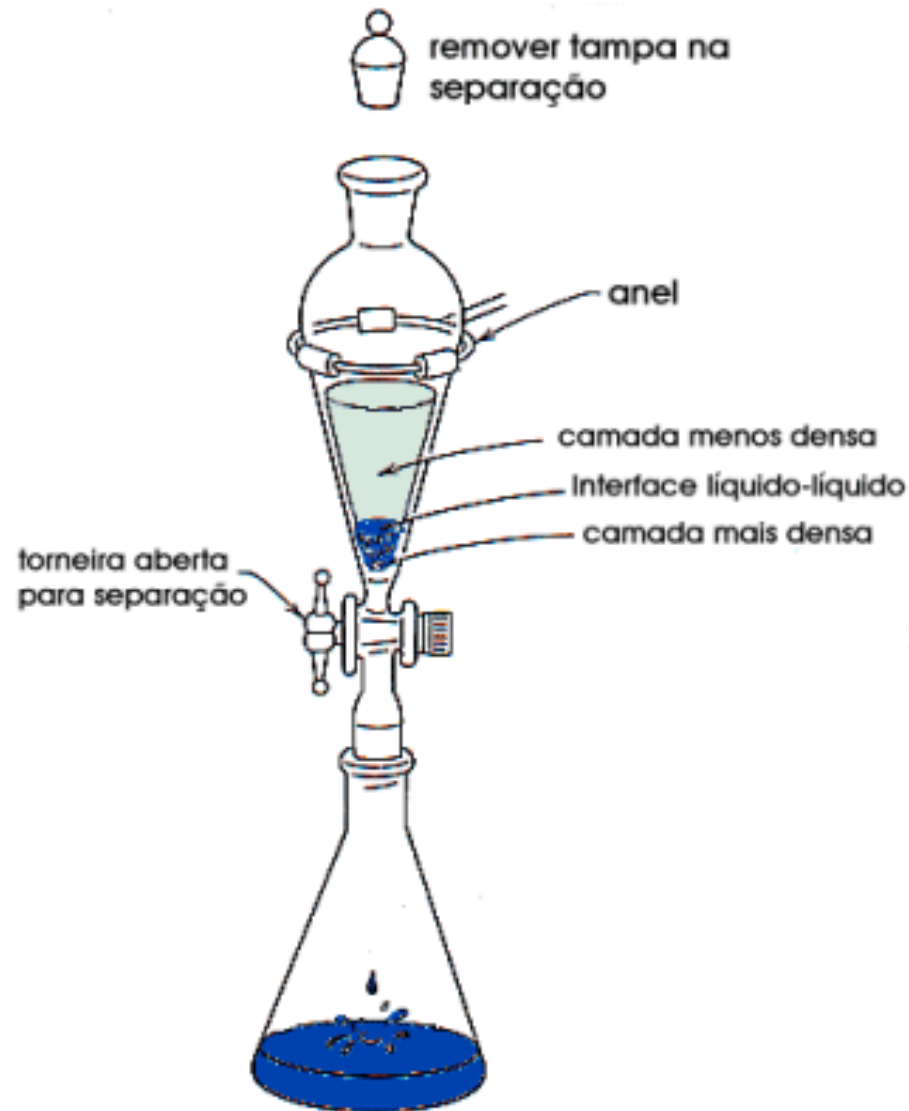
Funil de separação

É utilizado para separar misturas de 2 ou mais líquidos imiscíveis.

Também é chamado de funil de bromo ou de decantação.



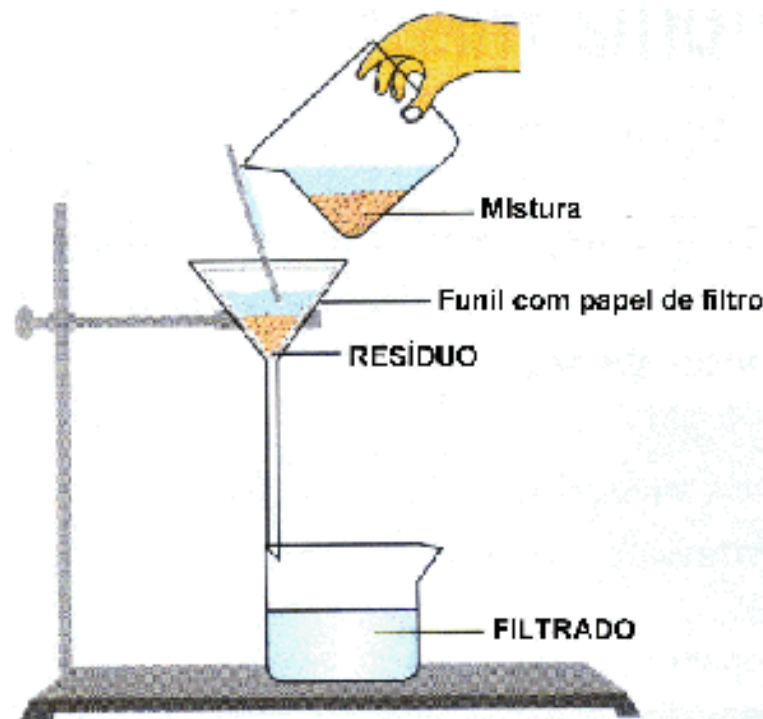
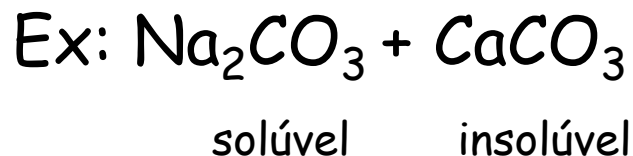
Funil de separação



Dissolução fracionada

Esta técnica consiste em separar baseado na **solubilidade** do que está misturado.

Deve-se encontrar um solvente que dissolva um dos solutos e o outro não.



Ventilação

Quando a mistura é jogada para cima, com a finalidade do vento **carregar a parte mais leve**, deixando a **mais pesada**.

Geralmente é utilizada para separar grãos de folhas.



Levigação

Quando usa-se geralmente a água para carregar o sólido de menor densidade e deixar o de maior densidade.



Peneiração

Separar mistura de sólidos que possuem tamanhos diferentes.

Mesh ou mm

Medida **granulométrica**



Flotação

Separação por densidade

Acrescenta-se um líquido de densidade intermediária aos 2 sólidos. O mais denso afunda, enquanto o menos denso flutua.

→ Separar minérios não ferrosos

→ ETA

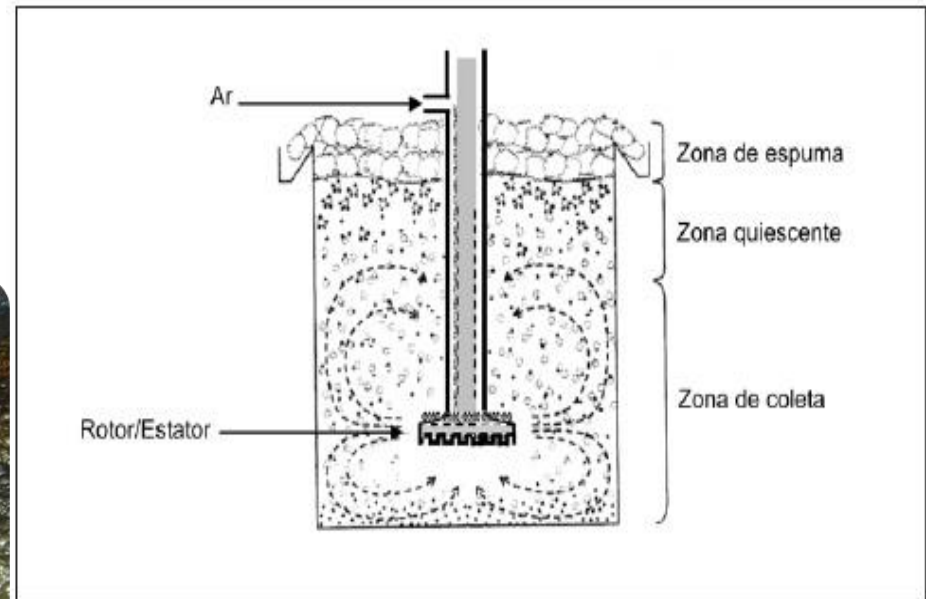
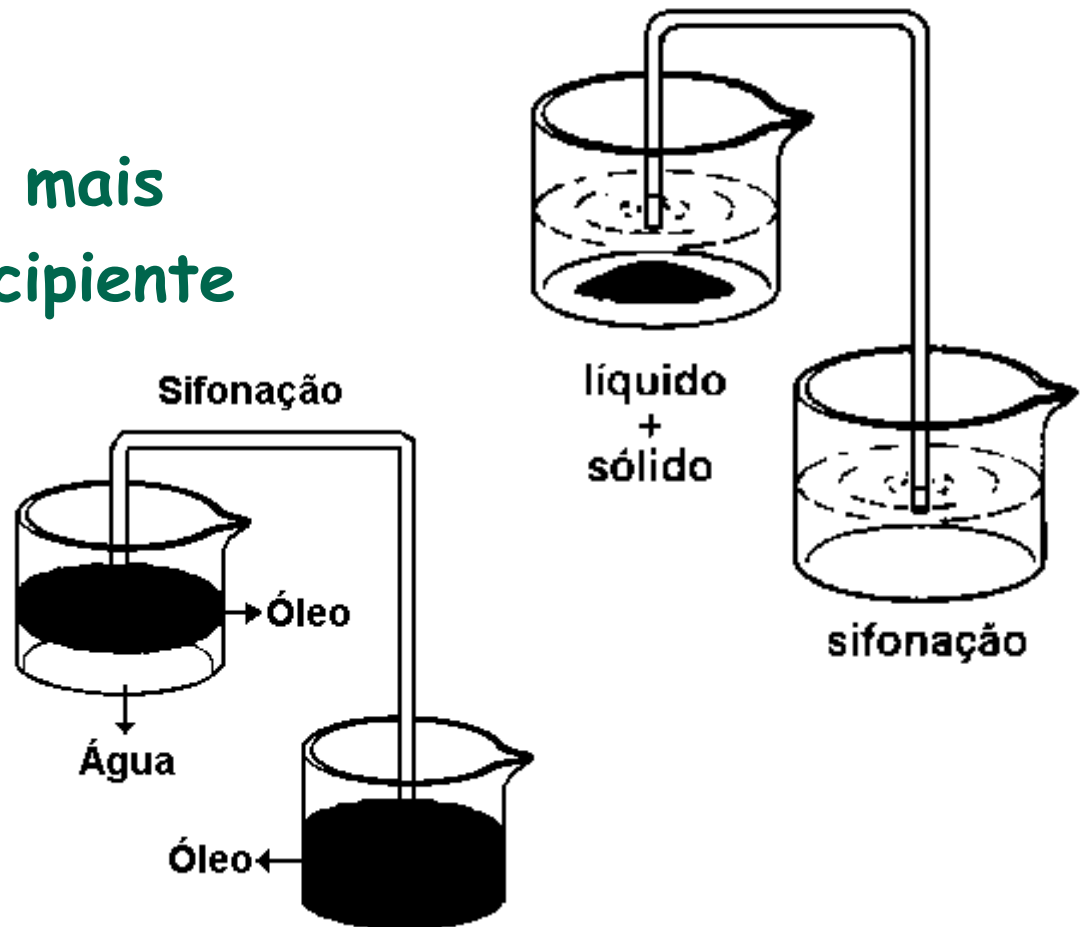


Figura 1 - Padrões de fluxo numa célula de flotação.

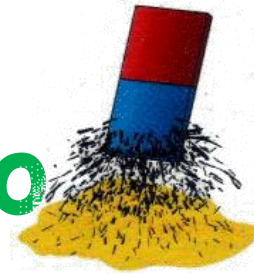
Sifonação

Separação líquido-líquido ou sólido-líquido.

O líquido do recipiente mais alto escorre para o recipiente mais baixo.



Imantação



Quando usa-se um imã pra separar um material que é atraído pelo imã de outro que não o é.



Evaporação

É um **processo natural** muito comum em salinas utilizado para **separar a água do sal**.



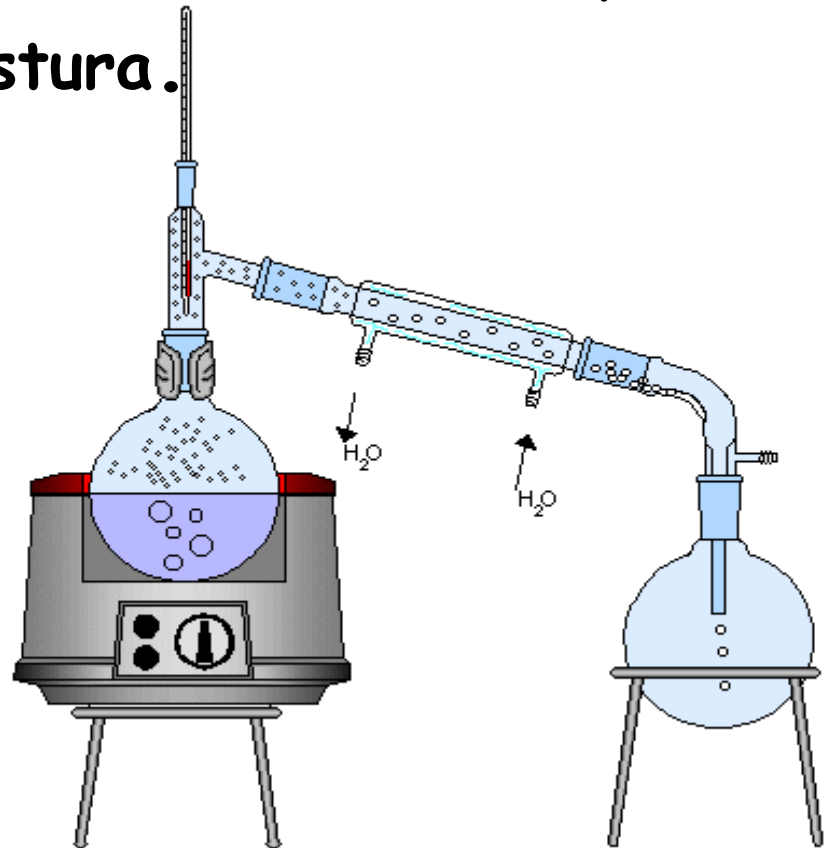
Separação de misturas

Homogêneas

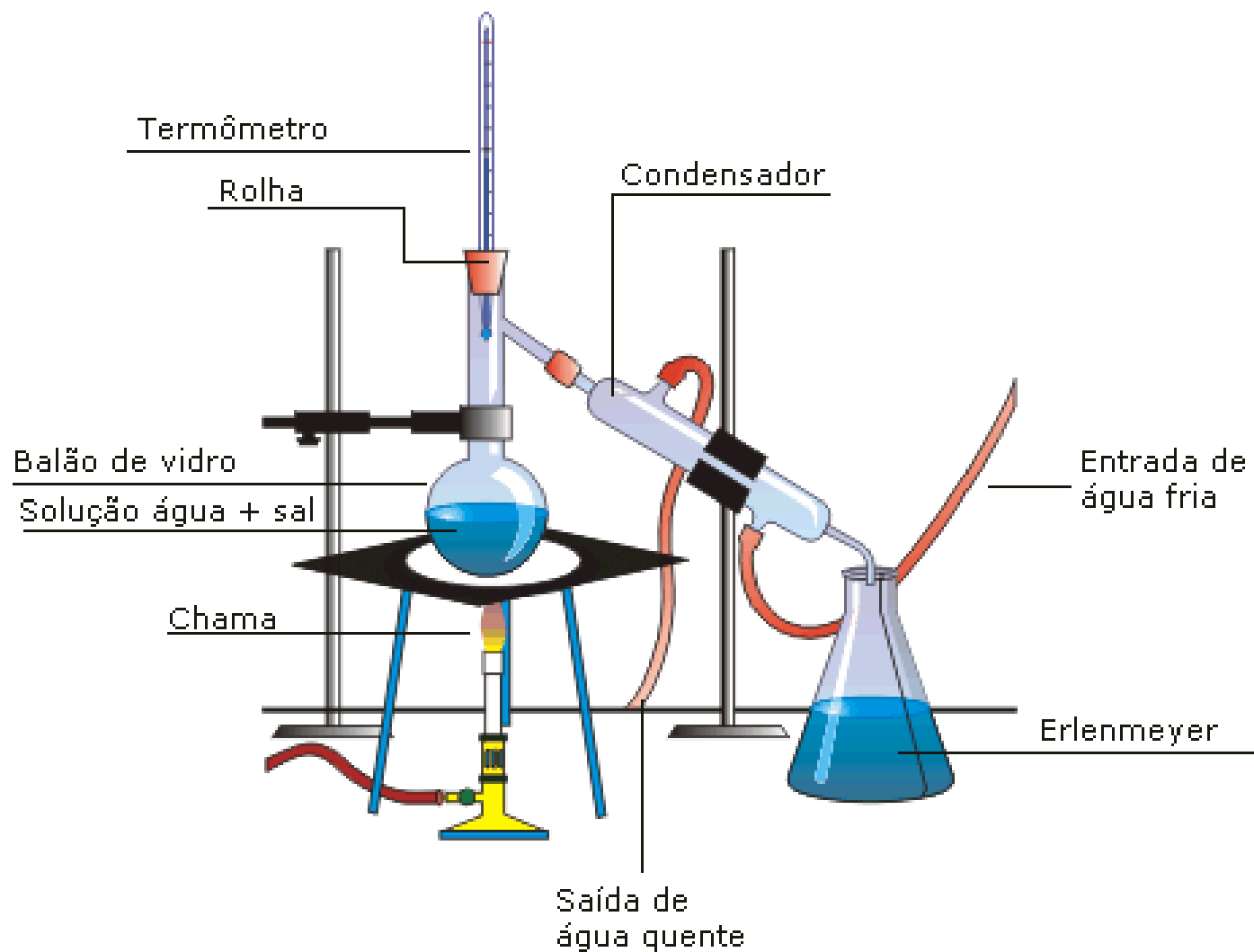
Destilação simples

É o processo no qual o material é aquecido para que ocorra a mudança de estado físico, e assim, a separação da mistura.

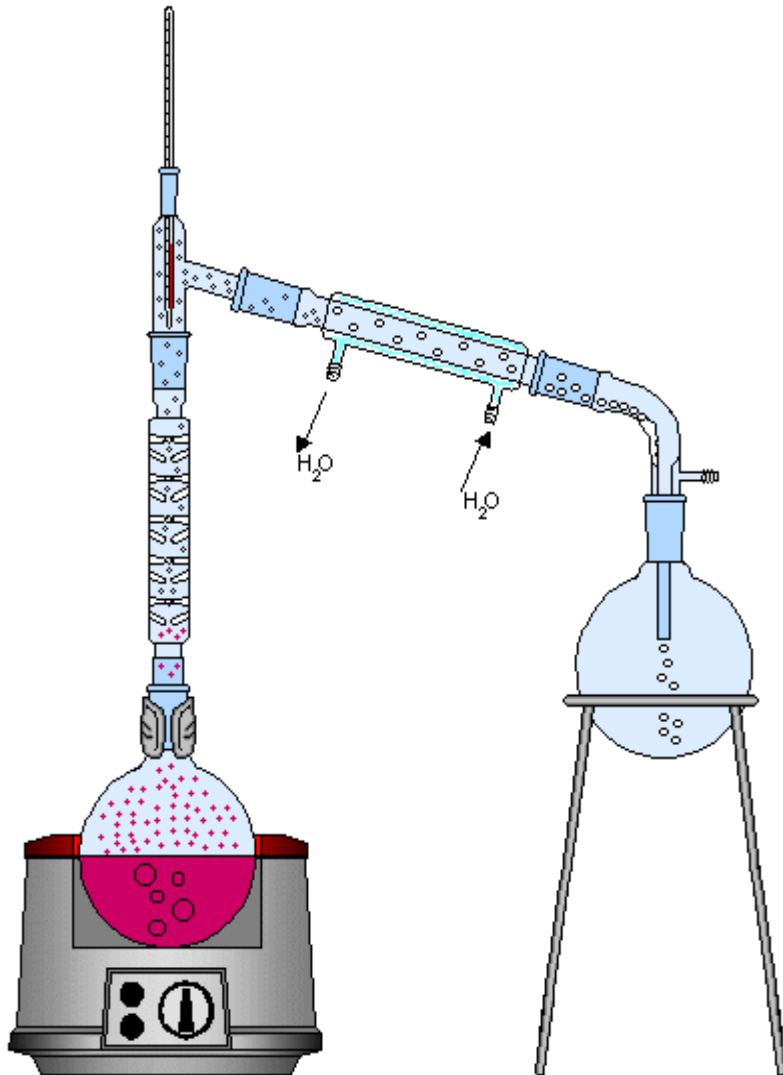
Separa líquidos com diferenças de mais de 40 °C de p.e.



Destilação simples

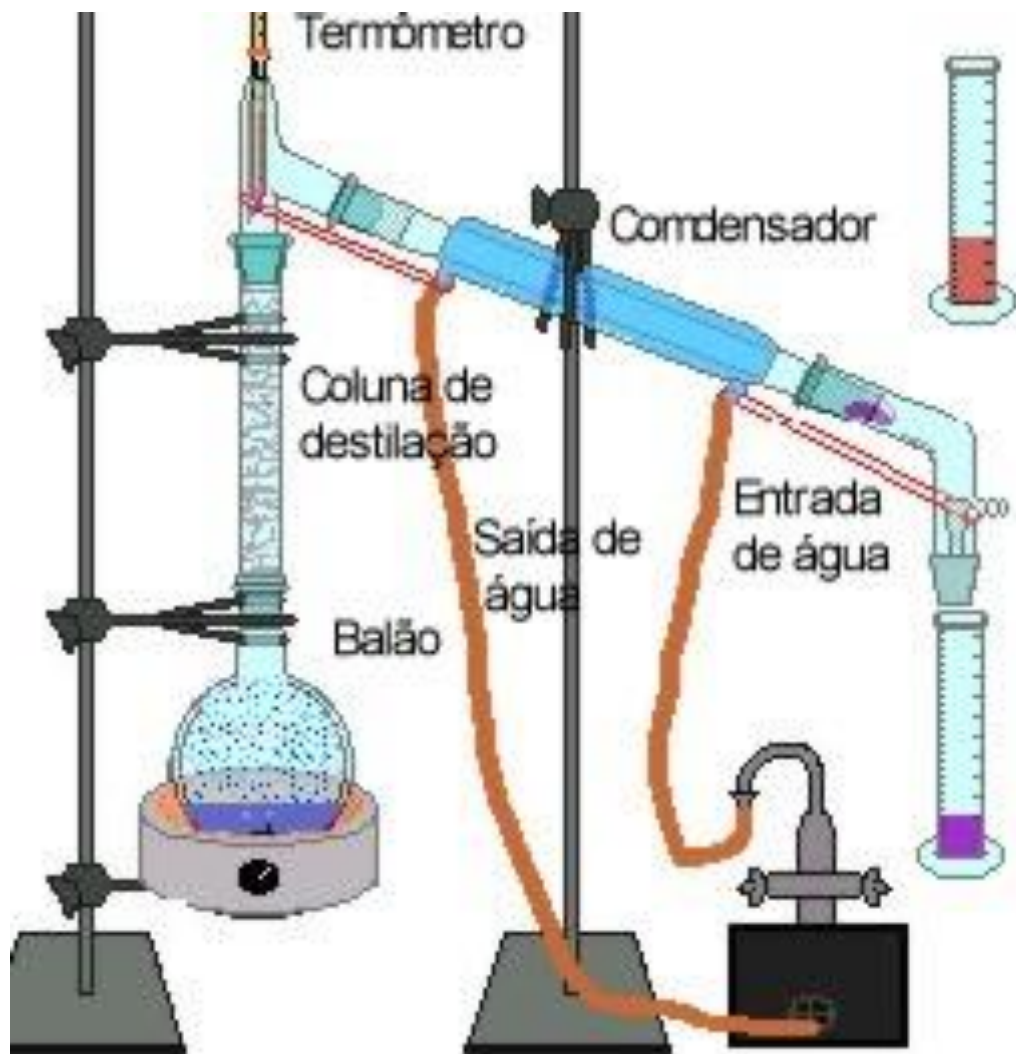


Destilação fracionada



Utiliza uma coluna de destilação que aumenta o número de pratos e separa líquidos com menores diferenças de p.e.

Destilação fracionada



Destilação fracionada

Sabendo que os pontos de ebulição da acetona, do álcool e da água são, respectivamente, $56,2\text{ }^{\circ}\text{C}$; $78,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $100\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Qual técnica você utilizaria para separar as seguintes misturas:



A) acetona + água



B) água + álcool



B) álcool + acetona

Cristalização



Cristalização industrial na fabricação de:

NaCl e açúcar,

(sulfato de sódio) Na_2SO_4 e de (amônia) NH_3 para a produção de fertilizantes,

(carbonato de cálcio) CaCO_3 para as indústrias de pasta e papel, cerâmica e de plásticos,

(ácido bórico) H_3BO_3 e outros compostos para a indústria de inseticidas e farmacêutica, entre muitos outros processos industriais