



Um Laboratório ao serviço da Academia e da Indústria





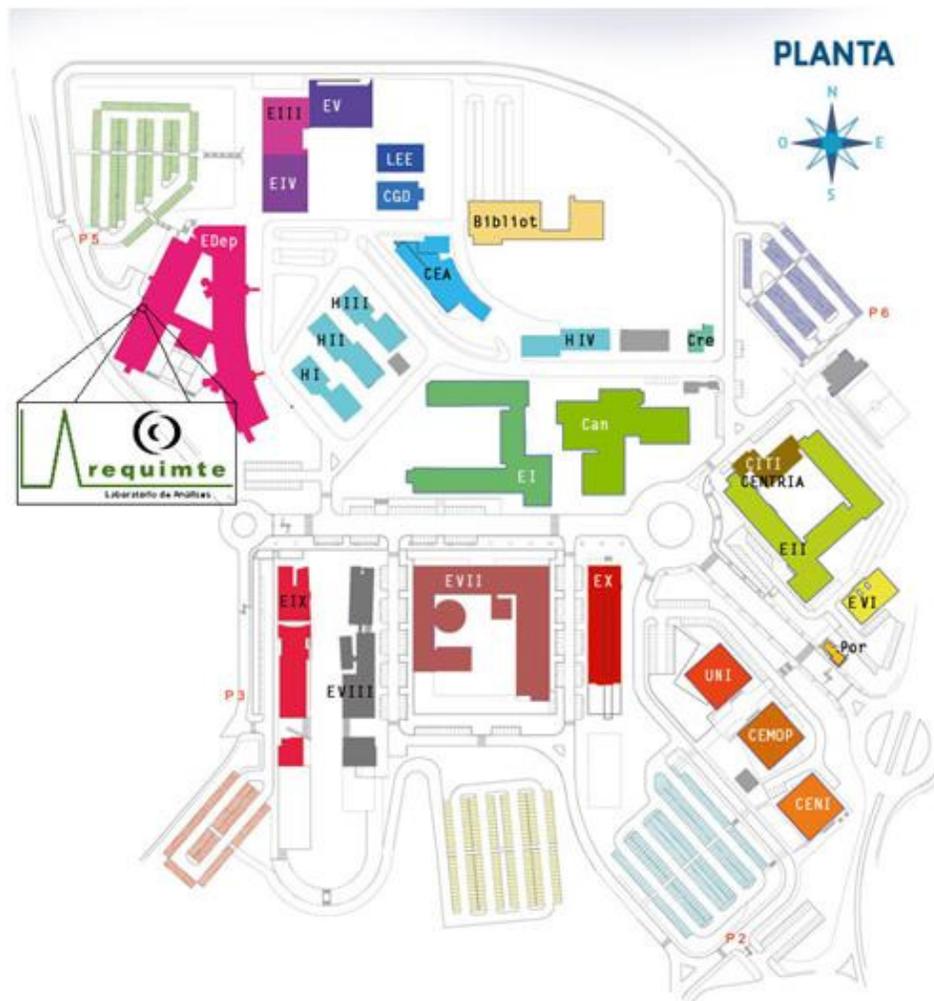
ÍNDICE

O Laboratório.....	2
Contactos.....	3
Análise Elementar.....	4
Espectrometria de Massa.....	9
Cromatografia.....	10
Caracterização.....	15
Formação.....	19



O LABORATÓRIO

O Laboratório de Análises é uma unidade de prestação de serviços analíticos, alocado no Departamento de Química da FCT/UNL, criado em 2002 com a missão de dar apoio analítico, científico e técnico a actividades de investigação do Laboratório Associado REQUIMTE e de prestar serviços a entidades externas públicas e privadas.



CONTACTOS

Departamento de Química – Faculdade de Ciências e Tecnologia /
Universidade Nova de Lisboa – Campus de Caparica

2829-516 Caparica – Portugal

Telefone +351 212947805 / +3512948500 Ext 10993

Fax +351 212948550

laboratoriodeanalises@campus.fct.unl.pt

<http://www.dq.fct.unl.pt/servicos-externos>

www.requimte.pt



ANÁLISE ELEMENTAR

Existem várias técnicas para o estudo da composição elementar de amostras nas mais variadas matrizes. De forma a obter o melhor resultado é necessário encontrar a técnica adequada às características da amostra a analisar.

A análise elementar é requerida em diferentes campos de investigação tanto académica como industrial, nomeadamente em química e processos, nas áreas alimentar e agrícola, em produtos farmacêuticos, na área do ambiente, em geologia, entre outros.

ICP-AES



ICP-AES – Espectrometria de Emissão Atômica por Plasma Induzido é a técnica indicada para a análise de elementos em diferentes matrizes sólidas, líquidas, orgânicas e inorgânicas (materiais biológicos/ proteínas, células animais e vegetais, leite, peixe, águas, ligas metálicas, produtos de síntese/farmacêuticos ou outros), presentes em qualquer matriz que seja solúvel em meio aquoso (ácido, básico ou salino).

O ICP permite a análise de praticamente todos os elementos químicos (que exibam bandas de emissão de sensibilidade adequada) na gama de 180 a 800 nm, com limites de detecção de concentração até aos ppb para a maioria dos elementos e a análise simultânea até 73 elementos numa amostra única.

Equipamento

ICP (*Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometer*) marca **Horiba Jobin-Yvon**, França, modelo **Ultima** equipado com gerador RF de 40,68 MHz, monocromador Czerny-Turner com 1,00 m (sequencial) e amostrador automático AS500.

GFAAS



A Espectroscopia de Absorção Atômica de Câmara de Grafite é uma técnica muito sensível que atinge excelentes limites de detecção na determinação de concentrações de metais em amostras aquosas e sólidas. A câmara de grafite é um sistema atomizador eletrotérmico que pode produzir temperaturas até aos 3000 °C. A câmara de grafite fornece energia térmica para quebrar ligações químicas e produzir átomos livres no estado fundamental. Os átomos absorvem energia da radiação de comprimentos de onda característico de cada elemento e passam a um estado excitado. A quantidade de energia absorvida varia em função da concentração do analito.

Vantagens da utilização da **GFAAS**:

- Maiores sensibilidade e limites de detecção do que outros métodos
- Baixa interferência espectral
- Quantidade muito reduzida de amostra

Equipamento

GFAAS (*Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometer*) **Analytik Jena AG**, Alemanha, **AAS ZEE nit 650** modelo com correção de ruído de fundo de Zeeman e de lâmpada de deutério, atomizador de tubo de grafite de cabeça transversa e amostrador MPE 60.

FAAS



A Espectroscopia de Absorção Atômica de Chama é uma técnica de execução rápida e fácil com uma sensibilidade elevada (em particular para elementos como Pb, Cd, Cu e Cr). A amostra é atomizada na chama, através da qual passa radiação com comprimento de onda adequado a cada elemento a analisar (fonte - lâmpada de cátodo oco). A quantidade de radiação absorvida é uma medida da concentração do analito.

A amostra é lançada na chama que atinge temperaturas que variam de 2100-2300 °C. Durante a combustão, os átomos da amostra são reduzidos ao estado atômico. Um feixe de radiação é emitido por uma lâmpada cujo cátodo é feito do elemento a ser determinado. A radiação após atravessar a chama passa por um monocromador e atinge o detector. Os átomos livres no estado fundamental absorvem radiação a comprimentos de onda característicos de cada elemento. A redução de energia da radiação no comprimento de onda característico do analítico é uma medida da quantidade desse elemento na amostra.

Equipamento

FAAS (*Flame Atomic Absorption Spectrometer*) **Analytik Jena AG**, Germany, **AAS 5 FL** modelo equipado com uma lâmpada de deutério, alimentação de gás ar-acetileno e Autosampler **AS51**.

CHNS



O analisador opera na base da combustão dinâmica da amostra. A amostra é pesada em cápsula de estanho e introduzida no reactor de combustão através de amostrador automático, conjuntamente com uma quantidade determinada de oxigénio.

Após a combustão, os gases produzidos, N_2 , CO_2 , H_2O e SO_2 , são transportados por corrente de hélio através da superfície de cobre do interior do reactor, separados por coluna de GC a finalmente detectados por condutividade térmica (TCD). O tempo total de análise é de 12 minutos.

O equipamento é totalmente controlado por computador através de software. No final da análise é gerado um relatório completo com os resultados da composição da amostra em CHNS, em percentagem total entre 0,01% (100 ppm) e 100%.

Equipamento

Analisador Elementar marca **Thermo Finnigan-CE Instruments**, Itália, modelo **Flash EA 1112 CHNS series**.

ESPECTROMETRIA DE MASSA

A espectrometria de massa é uma técnica analítica usada na identificação de compostos químicos, com elevada sensibilidade e rapidez de análise.

A técnica consiste em ionizar os compostos no estado gasoso e fazer a separação das partículas carregadas no analisador, de acordo com a sua razão massa/carga. Na prática, o que se obtém é um espectro de massa que é uma representação gráfica da intensidade de cada ião em função da sua razão m/z .

Cada espectro de massa permite recolher informação sobre a massa molecular de um composto, e os fragmentos iónicos fornecem informação sobre a estrutura .

GC-TOF-MS



O GCT é um espectrómetro de massa com analisador por tempo de voo de aceleração ortogonal e de elevada resolução (~ 7000 FWHM), equipado com três fontes de ionização.

Acoplado a um cromatógrafo gasoso, permite analisar misturas de compostos voláteis ou semi-voláteis, utilizando três modos de ionização distintos: impacto electrónico (EI), ionização química (CI) e ionização de campo (FI).

As amostras relativamente puras poderão ainda ser introduzidas directamente na fonte de ionização através de uma sonda. Esta forma de introdução de amostra permite fazer a análise directa utilizando um dos três modos de ionização disponíveis.

Equipamento

GC-TOF-MS (Gas Chromatography – Time Of Flight – Mass Spectrometer) marca **Micromass**, modelo **GCT**



MALDI-TOF-MS

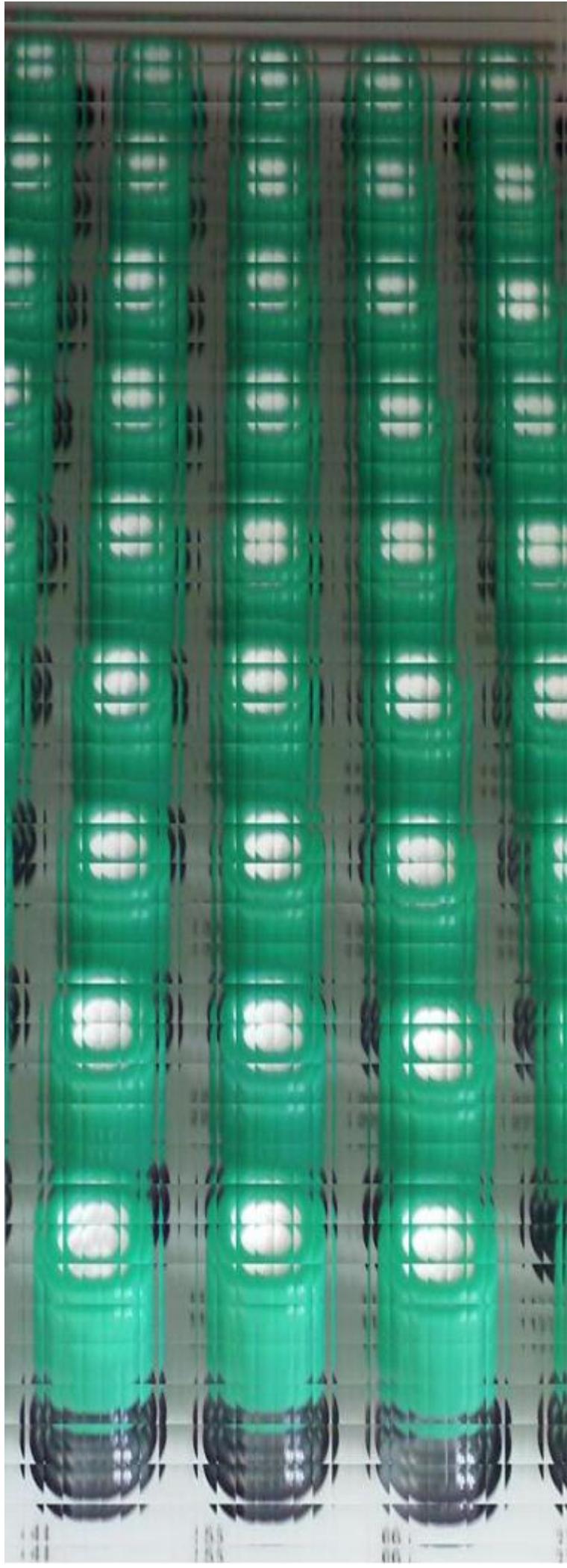
O Voyager-DE™ PRO Biospectrometry Workstation é um espectrómetro de massa com analisador por tempo de voo e uma fonte de desorção e ionização a Laser assistida por matriz (MALDI). O aparelho está equipado com laser de Azoto (337nm) e o analisador TOF permite trabalhar nos modos linear e reflector.



O intervalo de massas teórico "ilimitado" do espectrómetro de massa TOF e a "ionização suave", característica do MALDI, faz deste equipamento uma das técnicas de eleição para a análise de macromoléculas, com elevada sensibilidade e resolução, incluindo péptidos, proteínas de elevado peso molecular, oligonucleotídeos, polissacarídeos e polímeros sintéticos. Em modo reflector podemos analisar moléculas de massa inferior a 10KDa (péptidos, moléculas orgânicas, complexos, polímeros e proteínas de baixo peso molecular), com uma resolução de ~7,000 (ou >7,000 para $m/z < 6$ kDa). O modo linear permite analisar moléculas de elevado peso molecular, com uma resolução superior a 2000 para pequenas proteínas ($m/z < 20$ KDa) e ~50 para grandes proteínas ($m/z \sim 100$ kDa).

Equipamento

MALDI-TOF-MS (Matrix Assisted Laser Desorption Ionization – Time Of Flight – Mass Spectrometry) marca **Applied Biosystems**, modelo **Voyager DE-PRO Biospectrometry Workstation**.



CROMATOGRAFIA

A cromatografia ocupa um lugar de destaque entre as técnicas analíticas.

As diversas variantes existentes assentam na partição de compostos entre duas fases distintas, uma fase móvel e outra estacionária, imiscíveis entre si. A separação resulta da singularidade da interacção dos compostos entre as duas fases. Estes são eluidos a velocidades diferentes, consequência de sucessivas etapas de adsorção/dessorção entre a amostra e a fase estacionária.

Mediante o método de separação e detecção empregue é possível analisar os mais diversos grupos de analitos nas mais variadas matrizes.

CROMATOGRAFIA IÓNICA



A cromatografia iónica revela-se uma técnica analítica versátil para a generalidade das espécies iónicas, tanto orgânicas como inorgânicas.

A separação pode ocorrer por processos de troca iónica entre a fase móvel e os grupos activos ligados à fase estacionária, por exclusão iónica e ainda quando a selectividade é determinada pela fase móvel utilizada (HPIC – *High Performance Ion Chromatography* /HPICE – *High Performance Ion Chromatography Exclusion* /MPIC – *Mobile Phase Ion Chromatography*).

A gama de trabalho é alargada em resultado do desenvolvimento da separação das espécies, mas também, da detecção. O detector de condutividade (CD) permite uma análise rápida de iões potenciada pela introdução de um supressor prévio à detecção que reduz a condutividade dos electrólitos no eluente evidenciando os analitos. O detector amperométrico (PAD) possibilita uma determinação sensível de carbo-hidratos, aminoácidos e entre outros. Dispõe ainda de um detector de foto-diodos e de índice de refração.

É utilizada para a análise de iões inorgânicos em várias matrizes como águas residuais ou caldos de fermentação (aniões tais como cloreto, brometo, fluoreto, nitrito, nitrato e sulfato; catiões como lítio, cálcio, amónia, magnésio, potássio e sódio). Permite analisar ácidos orgânicos e inorgânicos fracos e ácidos sulfónicos orgânicos, espécies de origem biológica como carbo-hidratos, álcoois derivados de carbo-hidratos, amino-ácidos e outros compostos. A técnica apresenta vantagens face a outras, em especial para espécies aniónicas, tais como rapidez, sensibilidade, selectividade, detecção simultânea e estabilidade das colunas de separação.

Equipamento

Sistema de cromatografia iónica marca **DIONEX**, modelo **ICS-3000** equipado com os seguintes detectores: *PDA – Photodiode Array Detector – 190 a 800 nm*; *ED – Detector electroquímico – amperometria de pulso/integrada*; *CD – Detector de condutividade*; *RI 101 Shodex – Detector de índice de refração*.

GC – FID

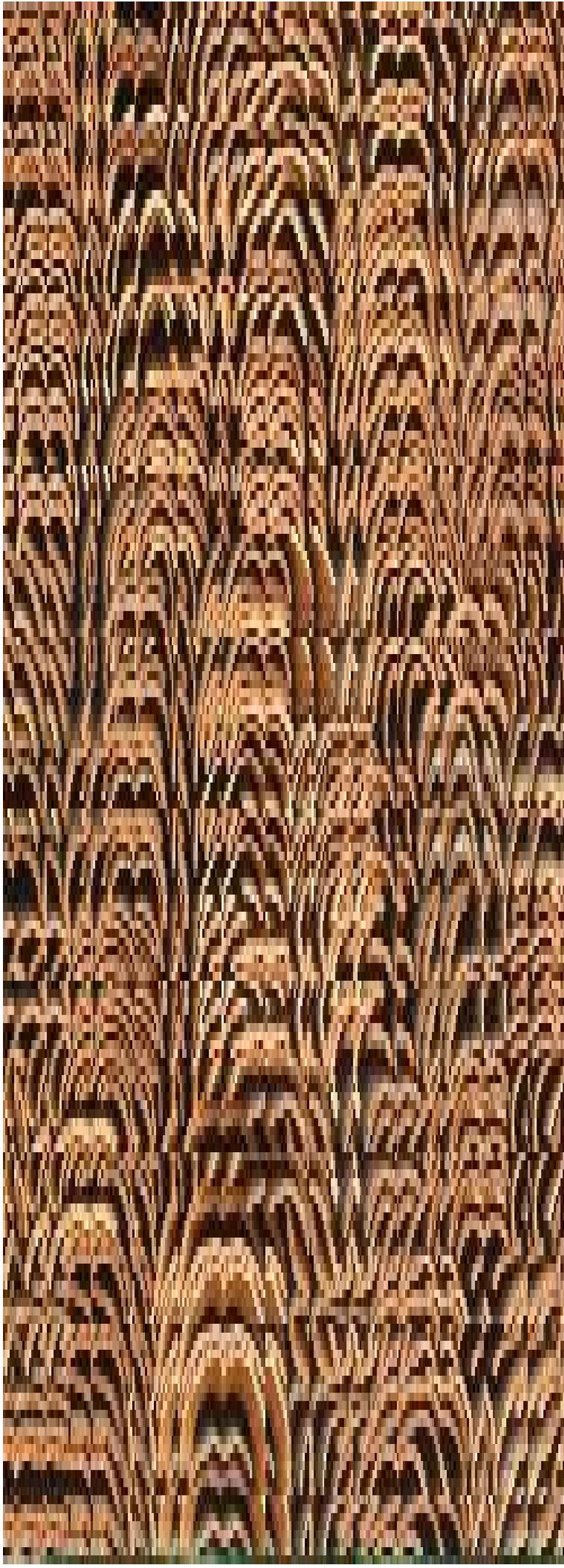


Na técnica de GC-FID – cromatografia gasosa com detector de ionização de chama, a amostra é introduzida no injetor por intermédio de uma seringa, arrastada pela fase móvel (gás de arraste) ao longo da coluna cromatográfica, onde através de rampas de temperatura, os diferentes compostos da mistura são separados. Estes compostos saem da coluna dissolvidos no gás de arraste e passam por um detector FID onde irão sofrer pirólise à temperatura da chama, produzindo iões e electrões que conduzem corrente eléctrica através da chama.

O GC-FID pode ser usado para a análise de compostos orgânicos voláteis ou semi-voláteis como hidrocarbonetos, pesticidas, hidrocarbonetos aromáticos policíclicos (PAHs), ácidos gordos, álcoois superiores, óleos essenciais, solventes, entre outros.

Equipamento

GC-FID (Gas Chromatography - Flame Ionization Detector) marca **Konik**, modelo **Konik HRGC 4000B**.



CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAIS

A análise de materiais constitui um procedimento chave na ciência dos materiais – área transversal a vários campos de investigação.

Envolve uma série de técnicas experimentais para determinação de parâmetros e características estruturais e de composição essenciais para a compreensão das potencialidades práticas dos materiais no desenvolvimento de novos produtos.

Entre os parâmetros comuns encontram-se a porosidade, comportamento térmico, cristalinidade e grau de pureza.

POROSIMETRIA DE MERCÚRIO

A porosimetria de mercúrio permite analisar um conjunto de propriedades de estruturas sólidas por intrusão de mercúrio a pressões controladas. O penetrómetro contendo a amostra passa por uma etapa de degaseificação para depois ser preenchido por mercúrio. É aplicada pressão para forçar a entrada de mercúrio na amostra e é apresentada uma curva de intrusão/extrusão. A informação obtida conduz ao cálculo de parâmetros que permitem caracterizar a amostra. Esta técnica baseia-se na equação de Washburn:

$$D = \frac{-4 \cdot \gamma \cdot \cos \theta}{P}$$

onde D é o raio do poro onde o mercúrio entra, γ é a tensão superficial do mercúrio, θ o ângulo de contacto do mercúrio com a superfície do sólido e P é a pressão aplicada.

É possível obter dados de distribuição de tamanhos de poros, diâmetro médio e volume total de poros, bem como densidades de amostra. Entre as aplicações comuns encontram-se os materiais cerâmicos e materiais de construção, catalisadores, produtos farmacêuticos, materiais adsorventes e de filtração.

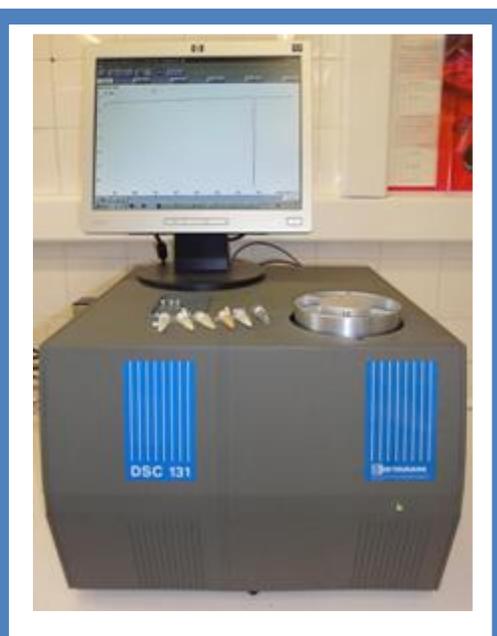
Equipamento

Porosímetro de mercúrio marca **Micromeritics**, modelo **Autopore IV 9500**.

- Pressão máxima operacional – 33.000 Psia (228 MPa)
- Distribuição de tamanho de poros: 360 – 0,005 μm
- Baixa pressão até 50 Psia (345 kPa): 360 – 3,6 μm
- Alta pressão até 33.000 Psia (228 MPa): 6 – 0,005 μm



DSC



A calorimetria diferencial de varrimento (DSC) é uma técnica de análise térmica que regista o fluxo de energia calorífica associado a transições nos materiais em função da temperatura. É um método de variação entálpica, no qual a diferença no fornecimento de energia calorífica entre uma substância e um material de referência é medida em função da temperatura, enquanto ambas são submetidas a um mesmo programa de aquecimento ou arrefecimento, rigorosamente controlado.

Estas medidas fornecem dados qualitativos e quantitativos em processos endotérmicos (absorção de energia calorífica) e exotérmicos (libertação de energia calorífica), permitindo obter informações referentes a alterações de propriedades físicas e/ou químicas como, temperaturas características (fusão, cristalização, transição vítrea), grau de cristalinidade de um polímero, diagrama de fases, entalpias de transição de fase e de reacção, estabilidade térmica e oxidativa, grau de pureza e cinética de reacções.

Esta técnica pode ser utilizada para caracterizar uma vasta gama de materiais para além de polímeros, nomeadamente outros materiais orgânicos e inorgânicos, cristalinos ou amorfos como cerâmicas, vidros, metais e ligas, fibras e plásticos, compósitos, etc. As áreas de aplicação estendem-se desde o domínio científico ao industrial, com particular importância nas indústrias farmacêutica e da cosmética, alimentar, dos polímeros, seja na fase de investigação e desenvolvimento de um processo ou produto, seja na fase de controlo de qualidade de matérias-primas e produtos.

Equipamento

Calorímetro de varrimento diferencial marca **Setaram**, França, modelo **DSC 131**. Este equipamento trabalha na gama de temperaturas entre $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$ and $+550\text{ }^{\circ}\text{C}$, a velocidades de aquecimento e arrefecimento entre $0,001$ e $50\text{ }^{\circ}\text{C} / \text{min}$. O sinal de fluxo de calor varia entre -100 e $+100\text{ mW}$ e a resolução é de $\pm 0,2\text{ }\mu\text{W}$.

XRD



A difracção de raios-X de pós (XRD) é uma das técnicas utilizadas por mineralogistas e químicos do estado sólido para examinar o *make-up* fisico-químico de sólidos. Nesta técnica obtem-se um padrão de difracção através do registo da intensidade de raios-X em função do parâmetro de leitura (ângulo 2θ).

Esta análise é aplicável a diversos materiais tais como cimento, cosméticos, produtos alimentares, em química forense, em geologia e mineralogia, tintas, produtos farmacêuticos, produtos petroquímicos, entre outros.

Equipamento

Difractómetro de raios X de bancada marca **RIGAKU**, modelo **MiniFlex II** (30 kV/15 mA) com tubo de raios X CuK α .

FORMAÇÃO

No âmbito da formação académica, o laboratório presta apoio teórico-prático nas técnicas actualmente disponíveis. Também dá apoio a formações práticas em colaboração com a Specanalítica Equipamentos Científicos, lda

SPECANALITICA
equipamentos científicos, lda

Para mais informações,
contactar o Laboratório de
Análises.

