



LISTA DE EXERCÍCIOS DE CROMATOGRAFIA

- 1- Faça uma tabela comparando as características da cromatografia de fase líquida e gasosa.
- 2- Quais os requisitos básicos para que uma amostra seja analisada por CG e por CL?
- 3- Como funciona o processo de separação dos componentes dentro de uma coluna cromatográfica, considerando a adsorção e absorção?
- 4- Explique fisicamente o que é um prato teórico no processo de separação cromatográfica.
- 5- Na purificação da fase móvel gasosa, qual filtro deve ser colocado primeiro e qual o motivo?
- 6- Quais fases móveis devemos considerar em CG: O₂, He, H₂, N₂, NH₃ e CO₂
- 7- Quais as funções do liner usado nos injetores de CG?
- 8- Caso haja vazamento em um septo no injetor, o que pode acarretar nos picos cromatográficos
- 9- Quando devemos escolher utilizar a injeção split em CG e em CL?
- 10- Quando uma coluna cromatográfica usada em CG sofre danos, quais sintomas são observados no cromatograma?
- 11- Quando aumentamos a espessura da fase estacionária de uma coluna de CG, mantendo as demais características, o que ocorre com o cromatograma?
- 12- Um analista injetou 5x o mesmo padrão cromatográfico nas mesmas condições operacionais e a média das áreas foi de 304.560 A.s e o desvio padrão foi de 23%. O que pode estar ocorrendo pois o desvio esperado costuma estar abaixo de 2%
- 13- Um analista ao fazer duas injeções da mesma amostra, sob as mesmas condições operacionais, encontrou 3 picos na primeira análise e 2 picos nas análises subsequentes. Explique.
- 14- Um analista precisava estimar a concentração de fenol na beira de um córrego com suspeita de contaminação. Ele dispunha apenas de um CG portátil e dois padrões de fenol de 1,0 e 50,0 mg L⁻¹ para esta avaliação. Então ele injetou 1,0 µL da amostra do córrego filtrada e o mesmo volume dos 2 padrões e as mesmas condições operacionais. As áreas obtidas foram 404; 20,2 e 380 µA.s. Estime o teor de fenol no córrego. O detector empregado possuía uma boa sensibilidade? O procedimento empregado foi confiável?
- 15- Uma empresa no ramo de defensivos agrícolas emprega muitos compostos a base de cloro, chamados de organoclorados. Até então as amostras eram enviadas para serem analisadas por uma empresa contratada. Com o aumento da produção e do número de amostras, decidiu-se adquirir um CG, mas existe a dúvida do detector a escolher. Qual indicar?
- 16- Considere uma mistura contendo os seguintes álcoois: n-butanol, iso-butanol, sec-butanol e tert-butanol. Para uma mistura equimolecular destes compostos obteve-se as seguintes áreas em um único cromatograma, (em cm²): 2.74, 7.61, 3.19, 1.66, respectivamente. Ao injetar uma amostra real, obteve-se as seguintes áreas (cm²): 1.91, 2.93, 1.75 e 2.55. Calcule o teor de iso-butanol na amostra. Qual o cuidado que se deve ter neste tipo de método quantitativo?
- 17- Qual o fator (ou fatores) abaixo não afeta o tempo de retenção de um cromatograma?
 - a) Temperatura do forno da coluna
 - b) Vazão do gás de arraste
 - c) Temperatura do detector
 - d) Polaridade da fase estacionária
 - e) % da fase estacionária no suporte sólido
 - f) Volume de injeção



LISTA DE EXERCÍCIOS DE CROMATOGRAFIA

g) Temperatura do injetor

h) Divisão de amostra na injeção

- 18- Qual a grande vantagem de se usar um detector seletivo de massas?
- 19- Cite 7 características que devemos conhecer de uma amostra ao chegar no laboratório para ser analisada por CG, de modo a facilitar a montagem de um método analítico.
- 20- Qual a diferença entre tempo morto e tempo de retenção?
- 21- Cite 3 parâmetros operacionais que podem ser alterados na CL para otimizar uma análise que não podem ser usados na CG?
- 22- Por que o tamanho da partícula da coluna interfere no número de pratos teóricos e na separação?
- 23- Quais os fenômenos que ocorrem se empregar uma vazão da fase móvel abaixo e acima do valor ótimo?
- 24- O que é a cromatografia de íons e qual o princípio de detecção?
- 25- O que pode ser analisado em um detector de fluorescência?
- 26- O que significa uma eluição isocrática e descreva as vantagens e desvantagens?
- 27- Qual a diferença entre as colunas na CG e na CL?
- 28- Por que o sistema de injeção da CL possui alta reprodutibilidade?
- 29- Por que ao final de um cromatograma em CL os picos tendem a ficar mais baixos e largos?
- 30- Um analista estava desconfiado da condição operacional do cromatógrafo de fase líquida com detector de UV-VIS, pois as análises das amostras da linha de produção estavam apresentando resultados estranhos. Então ele tomou um padrão analítico de referência de fenol de 1,000 ppm e injetou usando o método em uso. Verificou que a área do padrão reduziu em 68% em relação ao cromatograma do padrão do mês anterior, sem alterar o tempo de retenção. Lista as possibilidades do que precisa ser verificado.
- 31- Uma curva analítica apresentou um coeficiente de determinação de 0,92. O que pode ter ocorrido?
- 32- Uma agência ambiental precisava monitorar rapidamente um possível despejo em um rio do herbicida atrazina, muito usado no controle de plantações de milho, cana de açúcar e sorgo. Os funcionários dispunham de 2 frascos com padrões de atrazina (10 e $100 \mu\text{g L}^{-1}$), sem meios para realizar diluições no local (beira do rio) e um cromatógrafo de fase líquida portátil, já com uma coluna cromatográfica e fase móvel adequadas e um detector UV operando a 265 nm, que é adequado para determinar a atrazina. A leitura dos padrões forneceu áreas dos picos cromatográficos de $0,080$ e $0,440 \text{ UA s}^{-1}$ e a amostra um valor de $0,062 \text{ UA s}^{-1}$. A legislação brasileira permite um valor até $2,0 \mu\text{g L}^{-1}$ de atrazina em águas. Avalie se o limite foi extrapolado e as limitações que ocorreram nesta avaliação.
- 33- Foi desenvolvido um método cromatográfico em fase líquida usando um detector de fluorescência para a rápida determinação de fenol, cresol e naftaleno. Preparou-se uma mistura contendo $2,0 \text{ mg L}^{-1}$ de cada composto a partir de padrões analíticos, visando a determinação destes compostos em amostras de uma carboquímica. A mistura padrão forneceu áreas dos picos de 220 , 126 e 360 UA s^{-1} para fenol, cresol e naftaleno, respectivamente. A injeção da primeira amostra, nas mesmas condições operacionais forneceu áreas de 333 , 240 e 88 para fenol, cresol e naftaleno, respectivamente. Calcule o teor % de cada composto na amostra. O que pode dar errado nesta determinação?