

Requisição para ensaio por Cromatografia

Dados cadastrais

Requisitante: Ivana Márcia Bezerra Batista Data: 22/11/16
Departamento/ Laboratório: Química / Laboratório de Catálise e Petroquímica
e-mail para envio de resultados: ivana_ufrn@hotmail.com
Nome do Prof. Orientador: Amanda Duarte Gendim

Descrição Geral das amostras

Nome da substância	Código
<u>Azul de Metileno</u>	<u>AM</u>
<u>Abramido de etila</u>	<u>AL</u>
<u>MbIV 1380 min - AM</u>	<u>MbIV-1380 min-AM</u>
<u>MbIV 1380 min - AL</u>	<u>MbIV-AL</u>
<u>MIBO - M</u>	<u>MbIBO-M</u>
<u>MIVO - M</u>	<u>MbIVO-M</u>
<u>MIBO - Oxi</u>	<u>MbIBO-Oxi</u>
<u>MIVO - Oxi</u>	<u>MbIVO-Oxi</u>

* As amostras devem ser identificadas ou ter um código que as discrimine.

** O código dará nome ao arquivo do resultado.

*** O número de amostras é limitado a 10.

Características da amostra

- ☐ Sólida; ☒ Líquida; ☐ Gasosa; ☒ Orgânica; ☐ Inorgânica; ☐ Biológica; ☐ Higroscópica; ☐ Corrosiva;
☐ Tóxica; ☐ Volátil; ☒ Ácida; ☐ Neutra; ☐ Básica; ☐ Inflamável; ☐ Oxidante; ☐ Nociva; ☐ Irritante;
☐ Explosiva.

Ensaio solicitado

- ☒ GC-MS ☐ LC-DAD ☐ LC-F ☐ LC-I

Condições

Solventes necessários: ☒ Acetonitrila ☐ Metanol ☐ Diclorometano

☐ Outro (especificar): _____

Analitos de interesse: _____

Especificação da coluna: VF-5ms, 15m x 0,25mm x 0,25µm

Método: Rampa de Aquecimento: 40°C (5min), 12°C/min até 100°C (0min), 5°C/min até 200°C (0min), 20°C/min até 270°C (5min). Temp. Injetor = 220°C, Split Flow = 10°C, Modo Splitless - 1µL injetado.

4.5.3 Cromatografia gasosa acoplada a espectrômetro de massa (CG-EM)

Foram realizadas análises de cromatografia gasosa (modelo FOCUS GC) acoplada a um espectrômetro de massa (modelo ISQ) com a finalidade de identificar

62

os compostos intermediários formados a partir das análises de oxidação eletroquímica dos corantes Vermelho de Remazol e Azul de Novacron.

As amostras foram preparadas diluindo-se 10 µL da amostra após oxidação eletroquímica em 1 mL de acetonitrila e a mistura final foi filtrada utilizando sulfato de sódio anidro para a remoção de traços de água e em seguida injetada no cromatógrafo.

A **Tabela 3** mostra as condições que foram utilizadas para a realização das análises.

Tabela 3 – Condições utilizadas nas análises de CG-EM.

CONDIÇÕES DAS ANÁLISES DE CG-EM	
Rampa de aquecimento	40 °C (5 min)
	12 °C/min até 100 °C (0 min)
	5 °C/min até 200 °C (0 min)
	20 °C/min até 270 °C (5 min)
Coluna	VF-5ms, 15m x 0,25mm x 0,25 µm
Composição	Fabricante: Varian
	5% fenil-arilene, 95% dimetilpolisiloxane
Temperatura do injetor	220 °C
Split Flow	10 °C
Modo Splitless	1,0 µL injetado
Gás de arraste	Hélio
Fluxo do gás	0,8 mL/min
Temperatura da fonte de íons	220 °C
Temperatura da linha de transferência	280 °C
Faixa de massa	35 a 500 m/z

Fonte: Fonte própria.