



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO
Concurso Público para provimento de vagas de cargos Técnico-Administrativos – Edital 342/2013
Chave de Correção da Prova Prática

Cargo:
D-45 – Técnico em Química – Instrumentação Analítica

QUESTÃO 1:

A titulometria volumétrica envolve a medida de volume de uma solução de concentração conhecida, necessária para reagir essencial e completamente com o analito. Com relação à titulometria ácido-base, descreva:

Item A) os materiais utilizados na titulação;

Chave de Correção	
Item	Qtde de Pontos
- Bureta; - Suporte de bureta com base de porcelana para ver as alterações do indicador; - Erlenmeyer de boca larga com o volume preciso da solução a ser titulada; - Funil de transferência de líquidos; - Bécher.	5,0

Item B) os procedimentos de limpeza de uma bureta ;

Chave de Correção	
Item	Qtde de Pontos
- Limpar o tubo da bureta com detergente e uma escova longa; - Enxaguar completamente com água de torneira; - Enxaguar com água destilada; - Verificar a ocorrência de quebra no filme de água; - Repetir o tratamento se necessário; - Manter a bureta vertida com a torneira aberta até a secagem completa; - Deixar escoar a água de seu interior tanto quanto possível. - Se o material estiver engordurado deve-se fazer uso da mistura sulfocrômica ou outra substância desengordurante. - toda vez que utilizar a mistura sulfocrômica, tapar o recipiente com vidro de relógio; - a mistura sulfocrômica deve ficar em contato com o material a ser limpo por 10 a 15 minutos; - retornar a mistura ao frasco de origem, deixando escoar ao máximo; - lava-se o material com água corrente várias vezes (6 ou 7); - a seguir, lava-se com água destilada (4 vezes).	10,0



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO
Concurso Público para provimento de vagas de cargos Técnico-Administrativos – Edital 342/2013
Chave de Correção da Prova Prática

Item C) as etapas de uma titulação ácido-base, considerando a dosagem de ácido acético em vinagre utilizando NaOH 0,1M.

Chave de Correção	
Item	Qtde de Pontos
<ul style="list-style-type: none">- Verificar se a bureta está limpa, se o líquido escoar livre e uniformemente por toda a extensão da escala sem deixar líquido preso pelas paredes;- Encher a bureta e verificar se nenhuma bolha de ar ficou retida no seu interior;- Secar a bureta antes de colocar a solução a ser usada ou lavar 3 a 4 vezes com pequenos volumes da solução a ser usada. A lavagem deve atender a toda a superfície interna da bureta;- Deixar a bureta sempre na perpendicular em relação à bancada;- Preencher a bureta com a solução titulante (NaOH 0,1M) acima do zero do topo com cerca de 1 a 2 mL;- O zero é ajustado com a parte inferior do menisco na linha, com visualização do analista perpendicular à posição zero para evitar erro de paralaxe;- Transferir a solução a ser titulada para o Erlenmeyer com auxílio de uma pipeta;- Adicionar 1 ou 2 gotas de indicador (fenolftaleína);- Titular lentamente e com velocidade constante;- Quando o ponto final da titulação estiver próximo, frequentemente é necessário adicionar à mistura reagente, uma fração de gota do titulante. Para isso, deixa-se formar parcialmente uma gota e toca-se a extremidade da bureta com a parede interna do frasco de titulação. Lavam-se as paredes do frasco com uma pequena porção de água (“picete”) e agita-se a mistura.- Atingir o ponto de equivalência (viragem).	10,0



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO
Concurso Público para provimento de vagas de cargos Técnico-Administrativos – Edital 342/2013
Chave de Correção da Prova Prática

QUESTÃO 2:

O espectrofotômetro é um equipamento simples, entretanto, muito útil em análises rotineiras nos laboratórios de análises químicas e farmacêuticas. A respeito do espectrofotômetro, considerando uma substância com $\lambda_{\text{máx}}$ em 272 nm:

Item A) Desenhe o diagrama de bloco de um espectrofotômetro, explicando a função de cada parte.

Chave de Correção	
Item	Qtde de Pontos
Diagrama de blocos: Fonte-Monocromador-Amostra-Detector-Estação de trabalho Fonte – dispositivo responsável por emitir vários comprimentos de onda. Ou Fonte - Amostra - Monocromador - Detector - Estação de trabalho. (nos dias de hoje essa modificação é possível). Monocromador –dispositivo que seleciona o comprimento de onda que incide sobre a amostra. Os monocromadores mais sofisticados são os que contêm prisma ou rede de difração. Ou, o monocromador abre o espectro e o detector recebe tudo. Amostra – objeto da análise. Detector – É um dispositivo que produz um sinal elétrico quando é atingido por fótons. A resposta de um detector é uma função do comprimento de onda da radiação incidente. Estação de trabalho –Dispositivo utilizado para visualizar a informação obtida durante uma análise.	10,0

Item B) Qual o princípio da técnica?

Chave de Correção	
Item	Qtde de Pontos
É uma técnica que utiliza luz para medir concentrações de espécies químicas. Para que essa medição fosse feita, o conjunto fonte-monocromador-amostra tem que estar fechado para evitar a interferência da luz ambiente. - Quando o ponto final da titulação estiver próximo, frequentemente é necessário adicionar à mistura reagente, uma fração de gota do titulante. Para isso, deixa-se formar parcialmente uma gota e toca-se a extremidade da bureta com a parede interna do frasco de titulação. Lavam-se as paredes do frasco com uma pequena porção de água (“picete”) e agita-se a mistura.	5,0



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO
Concurso Público para provimento de vagas de cargos Técnico-Administrativos – Edital 342/2013
Chave de Correção da Prova Prática

Item C) Descreva detalhadamente as etapas necessárias para se proceder com uma medição usando o espectrofotômetro. Considere que o equipamento encontra-se desligado.

Chave de Correção	
Item	Qtde de Pontos
<ul style="list-style-type: none">- Ligar o equipamento pelo menos meia-hora antes da utilização.- Deve-se evitar que a gordura proveniente das mãos do operador, fiquem aderidas a superfície externa da cubeta.- Colocar o solvente na cubeta, limpar a parte externa da cubeta com papel de toalha, tomando cuidado de modo a evitar que resíduos do papel fiquem aderidos a superfície da cubeta.- Ajustar o 100% de transmitância ou o zero de absorbância do aparelho com a cubeta contendo somente o solvente utilizado (normalmente água) ou com o branco.- A cubeta é retirada do aparelho e substituída por outra cubeta idêntica, que contem a substância de interesse.- Uma vez o λ máximo da substância de interesse sendo 272 nm deve-se utilizar cubeta de quartzo.- Fazer a varredura da solução da substância em questão.- Com o comprimento de onda escolhido, fazem-se as medidas de absorbância da substância de interesse.- Retira-se a cubeta do aparelho. <p>OBS: Nos aparelhos sensíveis a luz externa deve-se tampar a cubeta antes de proceder a leitura.</p>	10,0



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO
Concurso Público para provimento de vagas de cargos Técnico-Administrativos – Edital 342/2013
Chave de Correção da Prova Prática

QUESTÃO 3:

Durante a etapa de preparação de amostra, aplicada a análise de agentes anabólicos em urina, utiliza-se extração por fase sólida (EFS). Descreva detalhadamente as etapas envolvidas na EFS.

Chave de Correção	
Item	Qtde de Pontos
- Ativação da sólida pela passagem de solvente apropriado para condicionar a superfície do sólido; - Remoção do solvente de ativação por um líquido de composição similar a amostra; - Aplicação da amostra, idealmente os analitos são retidos pelo sorvente; - Remoção de interferentes e parte da matriz com um solvente que não remova os analitos (etapa de lavagem); - Eluição dos analitos do sorvente com um solvente apropriado, de preferência que não desloque componentes da matriz que ainda estejam associados ao sorvente(etapa de dessorção ou eluição), coletando o eluato para eventual concentração e posterior análise.	25,0

QUESTÃO 4:

A técnica conhecida como pesagem por diferença é utilizada para medir a massa de um sólido em balança analítica eletrônica. Seguindo-se a este raciocínio:

Item A) Descreva o frasco de pesagem mais adequado e apresente uma justificativa para o seu uso.

Chave de Correção	
Item	Qtde de Pontos
Frasco pesa-filtro. É um frasco de pirex com tampa de vidro esmerilhado, pode ser de forma mais larga e mais estreita. É adequado para materiais higroscópicos, úmidos ou voláteis. O pirex é resistente ao calor, pode sofrer aquecimento em estufa para a retirada de umidade. A tampa veda hermeticamente o frasco no momento da medida da massa, impedindo a perda ou ganho de massa por causa da absorção ou volatilização de substâncias, sobretudo água.	5,0



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO
Concurso Público para provimento de vagas de cargos Técnico-Administrativos – Edital 342/2013
Chave de Correção da Prova Prática

Item B) Que procedimento é empregado para:

Item B1) Verificar o estado geral da balança (estabilidade, limpeza e nivelamento);

Chave de Correção	
Item	Qtde de Pontos
Estabilidade: ligar a balança, pelo menos cerca de 30 min antes do uso, coloque um recipiente limpo e seco no centro do prato da balança e fechar as portas da caixa de vidro e as janelas para evitar correntes de ar, aguardar para uma leitura estável na qual todos os dígitos com exceção do último, permanecem constantes. Limpeza: Se necessário, deve-se proceder a limpeza com pincel de pelo de camelo ou com um papel toalha umedecido com álcool. A retirada do prato da balança, se houver necessidade, deve ser feita com cuidado, assim como a recolocação. Ao terminar o procedimento deve-se recalibrar com peso padrão, de acordo com o manual do equipamento. Nivelamento: Verificar o nível de bolha. Se for necessário deve-se ajustar os pés da balança até que o indicador de nível mostre que a bolha de ar esteja dentro (idealmente no meio) do círculo do indicador.	5,0

Item B2) Secar e resfriar a amostra;

Chave de Correção	
Item	Qtde de Pontos
A amostra é colocada no pesa-filtro, no máximo até a metade do seu conteúdo para garantir a eficiência da secagem. Coloca-se o pesa-filtro destampado, contendo a amostra, na estufa a 110-120°C durante aproximadamente 1 hora. Após retirar da estufa, o pesa-filtro destampado deve resfriar em dessecador, tomando o cuidado para que o suspiro fique aberto, ou aplicar vácuo se for necessário. Após resfriar, deve-se tampar o pesa-filtro e transferir para a balança.	5,0

Item B3) Manusear o frasco de pesagem;

Chave de Correção	
Item	Qtde de Pontos
O frasco, inclusive a tampa, não deve ser tocado diretamente com as mãos, deve ser manuseado com luvas de borracha ou com uma "tiara" de papel toalha.	5,0



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO
Concurso Público para provimento de vagas de cargos Técnico-Administrativos – Edital 342/2013
Chave de Correção da Prova Prática

Item B4) Medir a massa da amostra e transferir para o frasco de análise.

Chave de Correção	
Item	Qtde de Pontos
Coloca-se o pesa-filtro contendo a amostra previamente seca, no centro do prato da balança, na temperatura ambiente, aperta-se o botão "tara" para zerar. O material é transferido para outro frasco (erlenmayer ou bécher), abrindo-se a tampa do pesa-filtro e transferindo cuidadosamente o material diretamente para o outro frasco, batendo levemente no lado de fora do vidro, se for sólido. Depois fechar novamente o pesa-filtro e recolocá-lo no prato da balança e verificar o valor de massa negativo, que é transferido. Proceder novamente até chegar ao valor de massa desejado.	5,0