



E-30

CONCURSO PÚBLICO 2014 - EDITAL Nº 342/2013

TECNÓLOGO - QUÍMICA - ANÁLISE INSTRUMENTAL

PROVA PRÁTICA/DISCURSIVA

Leia com atenção as Instruções

1. Você recebeu do fiscal um **caderno de respostas da prova prática/discursiva** e este **caderno de questões**.
2. É sua responsabilidade verificar se o nome do cargo informado neste **caderno de questões** corresponde ao nome do cargo informado em seu **caderno de respostas**.
3. Você dispõe de **4 (quatro)** horas para realizar a prova, incluindo a escrita no **caderno de respostas**.
4. Somente depois de decorrida uma hora do início da prova o candidato poderá entregar o seu **caderno de respostas** e retirar-se da sala de prova (Edital 342/2013).
5. Somente será permitido levar seu **caderno de questões** faltando uma hora para o término estabelecido para o fim da prova (Edital 342/2013).
6. Após o término de sua prova, entregue obrigatoriamente o seu **caderno de respostas** ao fiscal.
7. É terminantemente vedado copiar respostas, em qualquer fase do concurso público (Edital 342/2013).
8. Os 3 (três) últimos candidatos de cada sala somente poderão ser liberados juntos (Edital 342/2013).
9. Se você precisar de algum esclarecimento, consulte o fiscal.

Somente após autorização para o início da prova:

1. Verifique, neste **caderno de questões**, se a numeração das questões e a paginação estão corretas.
2. Verifique, no **caderno de respostas**, se existem espaços suficientes para a transcrição das respostas de todas as **questões** existentes neste **caderno de questões**.

Cronograma Previsto - Prova Prática/Discursiva

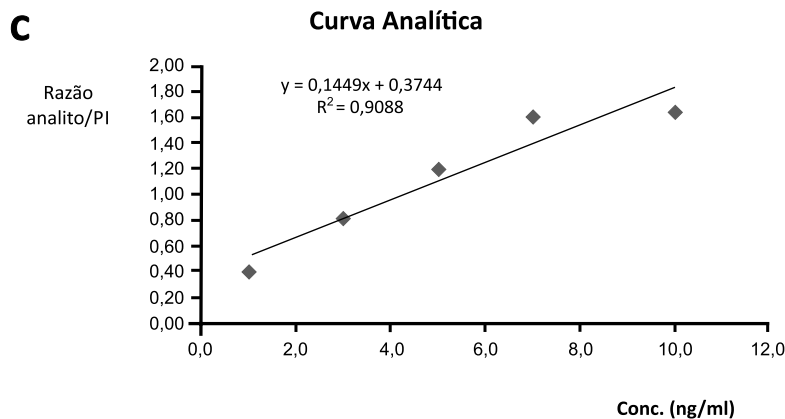
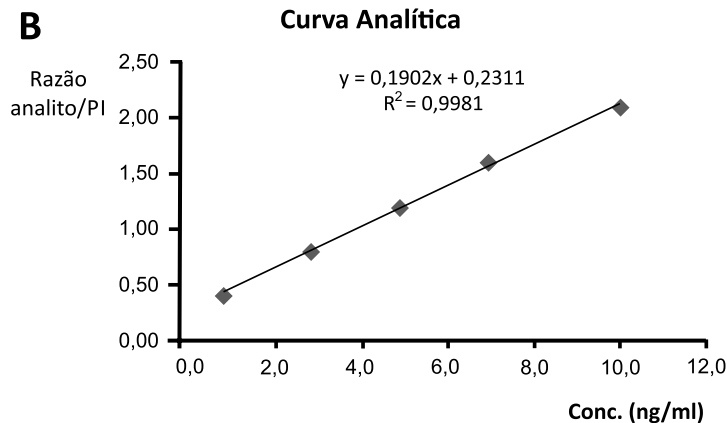
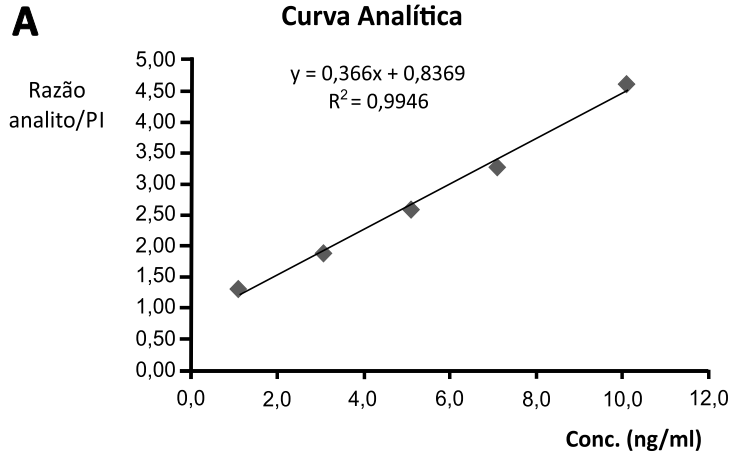
Divulgação do resultado preliminar da Prova Prática/Discursiva	14/04/2014
Disponibilização da imagem do caderno de respostas da Prova Prática/Discursiva	14/04/2014
Interposição de recurso contra as questões e o resultado preliminar da Prova Prática/Discursiva	05 e 06/05/2014
Divulgação do resultado do julgamento dos recursos contra as questões e o resultado preliminar da Prova Prática/Discursiva	16/05/2014
Divulgação do resultado final da Prova Prática/Discursiva	16/05/2014

QUESTÃO 1

Um agente dopante hipotético “X” é o alvo analítico para quantificação quando presente na análise das urinas dos atletas. Tal análise é realizada através da CG-EM, com uma coluna HP-1ms (100% metilpolisiloxana) de 17m X 0,25 mm X 0,10 um. Para determinar, quantitativamente, a concentração de “X” na urina do atleta, o primeiro passo é a construção de uma curva analítica de “X”, com utilização de padrão interno deuterado (“X-D₃”). A amostra foi preparada em triplicata. A área do analito “X” na amostra e a área do PI (“X-D₃”) encontram-se na tabela abaixo.

Replicatas	Analito (área)	Padrão interno (área)
Replicata 1	16764	12693
Replicata 2	16015	11948
Replicata 3	16128	12277

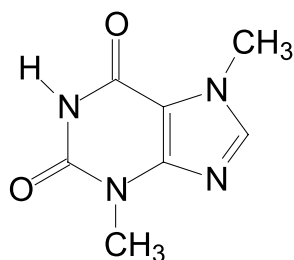
As curvas analíticas são apresentadas abaixo:



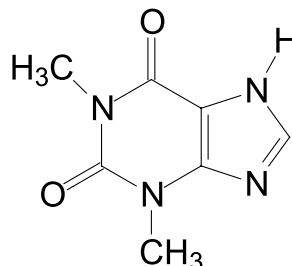
De acordo com o exposto, responda:

Item A) Qual dos três gráficos apresentados é o mais adequado para proceder com a quantificação? Explique sua resposta. Qual a concentração em ng/mL do analito “X” na urina?

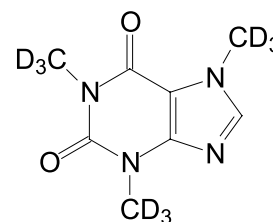
- Item B)** É possível utilizar qualquer um dos três gráficos para proceder com a quantificação? Explique detalhadamente sua resposta.
- Item C)** Ao considerar que o analito tenha sido injetado no modo *splitless* (sem divisão de fluxo) (3 μ L), o que deve ser feito para evitar o encharcamento da fase testacionária? Explique detalhadamente sua resposta.
- Item D)** Descreva detalhadamente o procedimento para limpeza do injetor por vaporização aquecido com e sem divisão de fluxo ("*split*"/"*splitless*").
- Item E)** Descreva detalhadamente o procedimento de silanização do encamisamento de vidro ou "liner"?
- Item F)** Para quantificar cafeína, no mate, e tendo disponível para utilização como padrão interno: teobromina, teofilina e cafeína-D₉ (abaixo representados), qual dos três compostos seria selecionado para padrão interno? Apresente, no mínimo, três argumentos explicando sua escolha.



TEOBROMINA



TEOFILINA

CAFEÍNA-D₉

QUESTÃO 2

É notório que a Cromatografia Gasosa acoplada à Espectrometria de Massas com Ionização Eletrônica (EI) é a técnica de escolha para análise de agentes anabólicos em urina humana. Sobre a Cromatografia Gasosa, responda as questões a seguir:

- Item A)** Ao considerar um injetor do tipo aquecido, operando com divisão de fluxo (*split*), com câmara de vaporização com volume interno de 1 mL, vazão na coluna de 1 mL/min e fluxo na purga do divisor de 100 mL/min (razão nominal de divisão 100/1), qual o tempo necessário de transferência da alíquota da amostra, da câmara de vaporização para o capilar?
- Item B)** Ao considerar um injetor do tipo aquecido, operando sem divisão de fluxo (*splitless*), com câmara de vaporização com volume interno de 1 mL, vazão na coluna de 1 mL/min e com a purga do divisor fechada, qual o tempo necessário de transferência da alíquota da amostra, da câmara de vaporização para o capilar?
- Item C)** Em qual dos casos, injeção com divisão de fluxo e injeção sem divisão de fluxo, aconteceria o alargamento no tempo?
- Item D)** O que é o alargamento no tempo? Explique detalhadamente sua resposta.
- Item E)** Quais abordagens podem reverter o alargamento de banda no tempo? Escreva detalhadamente sua resposta.

QUESTÃO 3

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 λ máximo em 272 nm, responda as questões abaixo:

- Item A)** Desenhe o diagrama de bloco de um espectrofotômetro, explicando a função de cada parte.
- Item B)** Qual o princípio da técnica?
- Item C)** Descreva detalhadamente as etapas necessárias para se proceder com uma medição usando o espectrofotômetro. Considere que o equipamento encontra-se desligado.



UFRJ