

**Manual (prático e resumido) para entrega de amostras para o
POLARÍMETRO (por Luciana M. Ravaglia, em 14/10/19 revisado por Patrick
Mirowski em 22/01/2021)**

1) Programar/agendar o dia e hora antes de fazer a medida. Combinar com o técnico responsável ou aluno autorizado. O polarímetro será ligado 2 horas antes da análise. (para estabilizar a lâmpada emissora)

2) Providenciar toda vidraria e matérias necessários antes da análise. Entregar o kit amostra + solventes + materiais limpos (etiquetados) para o técnico ou aluno responsável:

==>Para amostra (concentração \geq 1mg/mL)

- com massa entre 1 e 5 mg (aproximadamente) → utilizar a célula menor (V=1 mL) e preparar 2mL de solução (em balão volumétrico de 2mL) ou 5mL de solução (em balão volumétrico de 5mL).

- com massa maior que 10 mg (aproximadamente) → utilizar a célula maior (V=6 mL) preparar 10mL de solução (em balão volumétrico de 10mL).

==>Solventes:

São necessários para lavar a célula e fazer o branco. Utilize solventes que você tenha confiança de que estão suficientemente purificados e que podem entrar em contato com a sua amostra (e que não provocarão contaminação).

Os solventes são utilizados para fazer um gradiente de polaridade até o solvente da sua amostra e também para limpar a célula.

Ex: amostra em MeOH

(início da lavagem da célula) H₂O ==> acetona ==> MeOH ==> MeOH (para leitura do branco no equipamento) ==> amostra==> MeOH ==> acetona ==> água (fim).

ATENÇÃO: não adicione solventes imiscíveis na sequência!

- água destilada (ou ultrapurificada) → 50 mL em erlenmeyer etiquetado e com tampa.
- frasco para descarte de água destilada (ou ultrapurificada) etiquetado e com tampa.
- solventes para fazer um gradiente de polaridade até o solvente da sua amostra (Confirmar com o técnico/aluno responsável). ==> providenciar, no mínimo, 100 mL de cada solvente (em frasco etiquetado e com tampa) e ainda um frasco para descartar cada solvente (em frasco etiquetado e com tampa).
- 1 frasco (frascinho) adicional (etiquetado e nomeado) para a sua amostra (para retornar as primeiras lavagens da célula com solvente e sua amostra).
- pipetas pasteurs (1 para amostra e 2 para cada solvente) etiquetadas e nomeadas.
- beckers (ou o que for necessário para assegurar que o balão volumétrico com a sua amostra não irá virar).
- Tetinas/peras ou equivalentes (para serem utilizadas com as pipetas pasteurs)
- 1 grade (de tubo de ensaio)
- tubos de ensaio (suficientes para acomodar todas as suas pipetas pasteurs)
- 1 caixa ou bandeja para colocar todo o seu material.

OBS1: as amostras devem estar límpidas e livre de fiapos ou qualquer material insolúvel que atrapalhe a leitura. (Esse passo realmente faz a diferença no resultado!) Indica-se que a amostra seja filtrada em filtro 0.22 μ m antes da análise.

OBS2: Geralmente 1mg/mL funciona bem (ou seja, 2 mg de amostra pura geralmente é o mínimo requerido para menor célula -> 1 mL). Mesmo que você tenha muita

amostra, trabalhe com baixas concentrações (funciona melhor, de modo geral => ~ 1mg amostra /mL de solução)

OBS3: Esta é uma medida analítica. Seja preciso na medida de massa da amostra e no volume final da sua solução! – utilize de balança de 5 casas decimais e também balões volumétricos confiáveis.

Para fazer a análise:

- 1) Limpe a célula escolhida fazendo o gradiente de solventes. Comece por água ultrapura até o solvente escolhido.
- 2) Faça o branco da análise. Coloque o mesmo solvente que dissolveu a amostra e informe ao equipamento que este é o branco.
- 3) Coloque a sua solução na célula cuidadosamente.
- 4) Coloque a célula no equipamento e anote 50 leituras (o equipamento libera 1 leitura por segundo, então esta operação será rápida). Calcule a média das leituras para utilizar no cálculo do valor de αD .
- 5) Retire sua amostra cuidadosamente. Lave a célula com o mesmo solvente da amostra e recupere o solvente – ele ainda contém a sua amostra.
- 6) Após ter certeza que a sua amostra já foi recuperada, lave a célula várias vezes ainda com o mesmo solvente.
- 7) Se for utilizar para outra medida:
(no mesmo solvente) – faça o branco novamente.
(com outro solvente) – faça o gradiente até o solvente e recomece pelo branco.
- 8) Após finalizar as análises você deve limpar bem a célula com o mesmo solvente da amostra. Após isso, faça o gradiente até água ultrapura para finalizar o procedimento.
- 9) Guarde a célula no mesmo lugar onde você encontrou.
- 10) Desligue o equipamento e coloque a capa de plástico sobre o mesmo.