

NOMENCLATURA RECOMENDADA PARA ESCALAS DE TRABALHO EM ANÁLISE QUÍMICA

Versão portuguesa de:
J. O. CABRAL
Laboratório Ferreira da Silva
Faculdade de Ciências
4000 PORTO

União Internacional de Química Pura e Aplicada
Divisão de Química Analítica
Comissão de Nomenclatura em Análise

Preparado para publicação por
E. B. SANDELL

Chemistry Department, University of Minnesota, USA
e
T. S. WEST

Macaulay Institute for Soil Research, Aberdeen, UK

INTRODUÇÃO

Este relatório foi preparado, para a Comissão, pelos Professores E. B. Sandell e T. S. West, em colaboração com um grupo de trabalho constituído pelo Professor H. Flaschka e pelo Doutor O. Menis.

Uma nomenclatura para escalas de trabalho em análise química tinha sido previamente aprovada e publicada em: *Pure and Applied Chemistry*, 1960, **1**, 143. No presente relatório preconiza-se a ampliação daquela nomenclatura, com fundamento numa posterior tentativa que, após ter sido publicada no *Information Bulletin*, n.º 18, 1972, foi revista e, finalmente, aprovada para publicação pela Comissão Interdivisionária de Nomenclatura e Símbolos e pelo Conselho da União na sua Assembleia Geral, em 1977.

«Escala de trabalho», em análise, implica, fundamentalmente, a quantidade de amostra (porção para ensaio) utilizada. Sempre que haja possibilidade de opção, a quantidade de amostra, «S», é condicionada pelo método adoptado (com mais propriedade, **modo de proceder**), pela quantidade relativa do constituinte a analisar, «C», e por outros factores, como a precisão requerida.

Assim, é de toda a conveniência estabelecer um esquema para a classificação dos métodos de análise segundo os valores das grandezas S e C. Propõe-se, em conformidade, que os métodos (modos de proceder) sejam descritos e classificados, pelo que diz respeito à escala de trabalho, recorrendo a uma dupla designação

Quantidade de amostra (massa) — teor em constituinte (por ex., percentagem ou p.p.m.)

que facilmente pode ser generalizada para amostras líquidas ou gasosas.

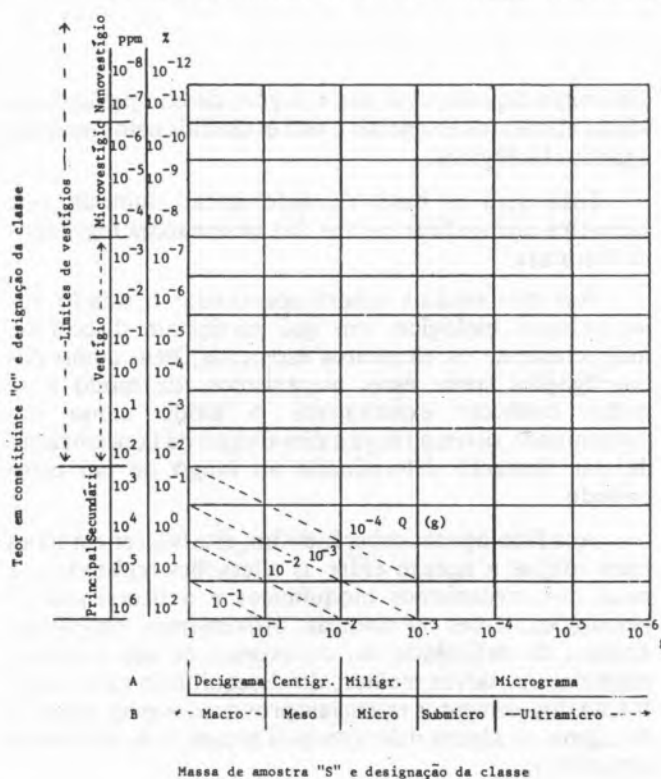
Desde que se definam limites para valores destas duas grandezas, S e C, imediatamente se define entre que limites se situa a quantidade absoluta, «Q», do constituinte.

Deste modo, qualquer método pode ser classificado com o grau de minuciosidade que se desejar; além disso, os diferentes domínios de valores são representáveis num gráfico cartesiano a duas dimensões, representando as massas de amostras em abcissas e as quantidades relativas dos constituintes em ordenadas. Unidades conve-

nientes a utilizar são: para S, o grama, g; para C, p.p.m. ou %. No entanto, devido à amplitude de valores a considerar, torna-se preferível adoptar escalas logarítmicas tanto para S como para C (Fig. 1). As linhas diagonais da figura representam as quantidades absolutas, Q, de cada constituinte.

Para uma clarificação e designação inequívoca de um dado método, a simples indicação de valores numéricos é não só suficiente mas, de facto, também é necessária. Torna-se, porém, preferível, tanto em comunicação escrita como oral, designar por termos próprios os limites de S e de C. O emprego desses termos é particularmente vantajoso quando só se indicam limites aproximados.

Fig. 1 — Classificação de métodos (e modos de proceder) analíticos quanto à quantidade de amostra e teor em constituinte.



CLASSIFICAÇÃO QUANTO À MASSA DE AMOSTRA (S)

As massas de amostras podem ser classificadas de acordo com a ordem de grandeza: grama (1-10 g), decigrama (0,1-1 g), centigrama (0,01-0,1 g), miligrama (0,001-0,01 g), micrograma (10^{-6} - 10^{-3} g), nanograma (10^{-9} - 10^{-6} g), picograma (10^{-12} - 10^{-9} g), fentograma (10^{-15} - 10^{-12} g), etc. Veja-se A, Fig. 1.

Os termos **macro**, **semimicro** e **micro** já há muitos anos que são usados para indicar a quantidade de amostra e, em consequência, a escala das operações analíticas. Trata-se de termos com bastante utilidade e que, por isso mesmo, há toda a vantagem em conservar.

De uma forma geral, uma amostra é considerada **macro** quando a sua massa excede 0,1 g, não se especificando um limite superior pois, na maioria dos métodos analíticos considerados macro, a massa de amostra situa-se entre 0,1 g e 1 g.

O termo **semimicro** é pouco recomendável porque não significa «meio micro», mas, sim, «maior» do que micro. Por esta razão, recomenda-se a substituição de **semimicro** pelo termo **meso** e, assim, a massa de uma amostra meso (**semimicro**) situar-se-á, logicamente, entre 0,01 g e 0,1 g.

Amostras cuja massa se situa entre 10^{-6} g e 10^{-3} g podem ser designadas por **submicro** e as de massa inferior a 10^{-4} g por **ultramicro**, sem se estabelecer qualquer limite inferior para este último caso.

Assim ter-se-á

Macroamostra (macroanálise)	> 0,1 g
Mesoamostra (mesoanálise)	10^{-1} - 10^{-2} g
Microamostra (microanálise)	10^{-2} - 10^{-3} g
Submicroamostra (submicroanálise)	10^{-3} - 10^{-4} g
Ultramicroamostra (ultramicroanálise)	< 10^{-4} g

Veja-se B, Fig. 1.

CLASSIFICAÇÃO QUANTO AO TEOR EM CONSTITUINTE (C)

Os termos constituinte **principal**, constituinte **secundário** e **vestígio** podem ser usados para classificar constituintes quanto à sua quantidade relativa, atribuindo-se-lhes os seguintes significados:

Constituinte principal	100-1%
Constituinte secundário	1-0,01%
Vestígio	< 0,01% (< 100 p.p.m.)

Há razões históricas e práticas para estabelecer 100 p.p.m. como limite superior para **vestígios**; por outro lado, até há pouco tempo não havia qualquer vantagem em estabelecer um limite inferior e, assim, tudo o que existisse em quantidade relativa inferior a 100 p.p.m. era considerado vestígio. Porém, em consequência dos progressos realizados na tecnologia da análise química, a situação mudou e passou a haver toda a conveniência em subdividir essa zona, tomando 100 p.p.m. como limite superior, do modo seguinte:

Vestígio	10^{-2} - 10^{-4} %
Microvestígio	10^{-4} - 10^{-7} %
Nanovestígio	10^{-7} - 10^{-10} %
Picovestígio	10^{-10} - 10^{-13} %

Em microanálise usa-se, quase sempre, uma classificação «S», visto o analista estar, em geral, mais interessado na quantidade de amostra do que na quantidade relativa do constituinte a determinar. De facto, em muitos casos de microanálise e, até, de submicro ou ultramicroanálise o constituinte desejado é um constituinte principal, isto é, $C > 1\%$.

Em análise de vestígios, pelo contrário, a maior importância reside no valor de «C» e, geralmente, o de «S» (quantidade de amostra) não tem interesse de maior. Em consequência, «C» pode ser, por exemplo, 10^{-2} - 10^{-5} p.p.m. e «S» ser 1-100 g.

Há, porém, casos em que o teor em constituinte, «C», se situa ao nível de p.p.m. ou sub-p.p.m. (caso típico de um problema de análise de vestígios) e em que a quantidade de amostra, «S», é da ordem, por exemplo, de 100µg, isto é, um autêntico problema de microanálise. Facilmente se verifica que, nestes casos, uma classificação S ou C é insuficiente e que pode ser necessária uma classificação S/C.

Propõe-se, assim, que o termo análise de **ultravestígios** (isto é, ultramicroanálise de vestígios) seja reservado para essas análises. Este termo pode ser usado, com toda a generalidade, para qualquer análise de vestígios em microquantidades de amostras mas pode, se se desejar, ser definido com maior precisão. Por analogia, é fácil obter termos gerais para maiores quantidades de amostra.

Assim, ter-se-á:

Análise de ultravestígios	S < 10^{-4} g	C < 100 p.p.m. (0,01%)
Análise de subvestígios	S = 10^{-3} - 10^{-4} g	C < 100 p.p.m. (0,01%)
Análise de microvestígios(*)	S = 10^{-2} - 10^{-3} g	C < 100 p.p.m. (0,01%)
(Microanálise de vestígios)		
Análise de mesovestígios	S = 10^{-1} - 10^{-2} g	C < 100 p.p.m. (0,01%)

(*) Este termo não é muito feliz, pois **micro** não significa $C = 10^{-10}$ %, embora não exclua esta hipótese. Por isso se sugere adoptar, neste caso, «microanálise de vestígios», sem qualificar «vestígios», em vez de «análise de microvestígios». Talvez até seja preferível que, em todos os casos, «ultra», «sub», «micro» e «meso» afectem «análise» e não «vestígios» — J.O.C.

MEDALHAS DO 3.º ENCONTRO NACIONAL DE QUÍMICA

Encontram-se à venda na Delegação de Coimbra e na Sede da SPQ em Lisboa.

500\$00 CADA MEDALHA