

ANÁLISE INSTRUMENTAL

APRESENTAÇÃO

Prof. Dr. Antônio Aarão Serra

APRESENTAÇÃO

- **Análise Instrumental**
 - **Análise Clássicas**
(Ex.: gravimetria/volumetria)
 - **Análise Instrumental (Ex.: Alimentos/Farmacêutica/Ambiental /Forenze)**
- **Diferentes Instrumentos**
 - **Material de apoio**

PROGRAMAÇÃO DAS AULAS (PROF. AARÃO).

- **1ª Aula** **Apresentação do curso**
- **2ª Aula** **Preparo de amostras**
- **3ª Aula** **Métodos Eletroanalíticos**
- **4ª Aula** **Potenciometria/Prática**
- **5ª Aula** **Condútiometria/Prática**
- **6ª Aula** **Métodos Espectroanalíticos (UV/Vis)**
- **7ª Aula** **Espectrofotometria (UV/Vis)/Prática**
- **8ª Aula** **Espectroscopia**
- **9ª Aula** **Primeira Avaliação**
- **10ª Aula** **Vista de Prova**
- **11ª Aula** **Métodos Cromatográficos**
- **12ª Aula** **CLAE**
- **13ª Aula** **Absorção e Emissão Atômica**
- **14ª Aula** **Segunda Avaliação**
- **15ª Aula** **Vista de Provas**
- **16ª Aula** **Recuperação (1ª Aula do Período de Recuperação)**

AVALIAÇÃO

- **Método de Avaliação**
- Será feita por meio de avaliações escritas individuais (provas) e avaliações de atividades em grupo (relatórios das aulas práticas e/ou trabalho escritos e/ou apresentações de seminários).

AVALIAÇÃO

- **Critérios de Avaliação**
- A Média Final (MF) será calculada pela média entre todas as avaliações realizadas durante o semestre.
- O conjunto das avaliações individuais correspondentes a 75% da composição de MF
- O conjunto das avaliações em grupo correspondentes a 25% da composição de MF.
- **Obs.:** Será aprovado o aluno que obtiver MF maior ou igual a cinco e frequência mínima de 70% no semestre.

AVALIAÇÃO

- **Normas de Recuperação**
- No período de Recuperação haverá horário previamente definido para resolução de dúvidas e será realizada uma avaliação escrita individual (Prova da Recuperação = PR), com conteúdo de todos os tópicos apresentados na disciplina durante o semestre.

AVALIAÇÃO

- **Média Final (MF)**
- A Nota de Recuperação (NR) será dada pela média aritmética entre a Média do Semestre (MF) e a Prova da Recuperação (PR), sendo considerado aprovado o aluno que obtiver NR maior ou igual a cinco.

TRABALHO EM GRUPO

• DIRETRIZES

- **FORMAÇÃO DE GRUPOS:**
- Grupos de 5 (cinco) alunos ou 6 (seis) alunos.
- Grupos pré-determinados pela ordem atual da lista de presença.
- Não pode trocar de grupo
- Não pode aumenta o número de alunos no grupo.
- Caso tenha desistência do curso, os grupos vão diminuindo automaticamente.

TRABALHO EM GRUPO (2ª Feira Noite)

- Dois grupos de 5 alunos e um grupo de 6 alunos
(Total de 16 alunos)
 - **Obs.:** Não pode trocar de grupo
- **Grupo.1:** abilio.forni@usp.br;
andressa.araujo26@usp.br; gabriel14.silva@usp.br;
gabriela.chudzinski@usp.br; gcarlos@usp.br
- **Grupo.2:** igor.favaro@usp.br; joao.bracco@usp.br;
jm.gsilva01@usp.br; joaopedrofqs@usp.br;
jpsene@usp.br;
- **Grupo.3:** lucas.vv@alunos.eel.usp.br;
meridamateus@usp.br; thiagomaziero@usp.br;
thiago.paranhos.santos@usp.br;
vanessafagundes@usp.br; viniaquinorochoa@usp.br;

TRABALHO EM GRUPO (6ª Feira Manhã)

- Treze grupos de 5 alunos e três grupos de 6 alunos
(Total de 83 alunos)

Obs.: Não pode trocar de grupo

- Grupo 1: alexandra.lazuroz@usp.br; aliciarichter@usp.br;
alline.lisboa@usp.br; ana.jrmarcondes@usp.br;
anapsvieira@usp.br;
- Grupo 2: barbara.tanaka@usp.br;
beatriz.helena.martins@usp.br; beatriz.anze@usp.br;
bpenteado@usp.br; beatriz_medeiros08@usp.br;
- Grupo 3: caiomarques08@usp.br; camilagranito@usp.br;
danielcpogde@usp.br; eric.mendonca@usp.br;
esther.micaellen.miranda@usp.br;

TRABALHO EM GRUPO

- Grupo 4: felipe_reis@usp.br;
fernando.nakayama@usp.br;
gabrielmotta@usp.br; dibgambetta@usp.br;
gabriel.fontolan@usp.br;
- Grupo 5: gabrielnaglis@usp.br;
gabriel.okuma@usp.br; gifukai@usp.br;
giovannapadula@usp.br; giuliacocato@usp.br;
- Grupo 6: gleisonalexandre32@usp.br;
guimonferrari@usp.br; gustavo.picirilo@usp.br;
gustavolinhares1@usp.br;
gustavo.rodriques.cunha@usp.br

TRABALHO EM GRUPO

- Grupo 7: isabelacardia@usp.br; isatonani@usp.br; janainalopesfumani@usp.br; joaoct6@usp.br; joao_pedro.gomes@usp.br
- Grupo 8: jvbcastro@usp.br; jose.rafael.bueno@usp.br; julizanatto@usp.br; leticiafof9@usp.br; lidia.micarelli@usp.br
- Grupo 9: luani.viccino@usp.br; lucas.augusto.lobes@usp.br; lucas.marciano99@usp.br; gaspari.lucas@usp.br; luccapenida@usp.br;

TRABALHO EM GRUPO

- Grupo 10: luisvco@usp.br; marianafranceschetti@usp.br; marianelete3@usp.br; markus.schon@usp.br; mateussoares@usp.br
- Grupo 11: msc.mayara@usp.br; murilovv@usp.br; natan.brito@usp.br; nataliayuminakamura@usp.br; nathiroski@usp.br;
- Grupo 12: nayara.kristina@usp.br; naylaziliocoelho@usp.br; nicole.bacic.shigue@usp.br; pedrosousa@usp.br; rafaela.sm@usp.br
- Grupo 13: sara.tafari@usp.br; stephanierregiani@usp.br; tanara.lemos@usp.br; tathy.rezende@usp.br; thaynaramendes@usp.br

TRABALHO EM GRUPO

- Grupo 14: theogiovannib.s@usp.br;
vini.jardim334@usp.br; itoriavarao@usp.br;
vianaamanda@usp.br; ana.pantoja@usp.br;
simonemarques@usp.br;
- Grupo 15: ajuliazanetti@usp.br; anelisa.merces@usp.br;
carolinasibille@usp.br; cecilia.lyra@usp.br;
daniele.rubiu@usp.br; thiagofernandes891@usp.br
- Grupo 16: kimijima@usp.br;
giovanna.bomtempo@usp.br; espoirte@usp.br;
lucas.silvawo@usp.br; melissa.covas@usp.br;
rafael.oda@usp.br;

BIBLIOGRÁFIA

BIBLIOGRÁFIA RECOMENDADA
(Olhar anexos no link e-Disciplina)

BIBLIOGRAFIA

- SKOOG, D.A.; HOLLER, F. J. ; NIEMAN, T. A. . .
Princípios de análise instrumental. 5ª ed.
Porto Alegre; Bookman, 2002.
- MENDHAM, J.; DENNEY, R. C.; BARNES, J. D.;
Thomas, M. Vogel. . *Análise química
quantitativa.* 6ª ed. Rio de Janeiro; Livros
Técnicos e Científicos, 2002.
- OHLWEILER, O. A. . *Fundamentos de análise
instrumental.* Rio de Janeiro; Livros
Técnicos e Científicos, 1981.

BIBLIOGRÁFIA

- KRUG, F. J. (Org.). . *Métodos de preparo de amostras: fundamentos sobre métodos de preparo de amostras orgânicas e inorgânicas para análise elementar.* 1ª ed. Piracicaba; Edição do autor, 2008.
- COLLINS, C. H.; BRAGA, G. L.; BONATO, P. S. (Org.). . *Fundamentos de cromatografia.* 1ª ed. Campinas; Editora da UNICAMP, 2006.

BIBLIOGRAFIA

- CHRISTIAN, G. D. . *Analytical chemistry*. 4^a ed. Nova York; John Wiley & Sons, 1986.
- DYER, J. R. . *Aplicação da espectroscopia de absorção a os compostos orgânicos*. 1^a Reimpressão. São Paulo; Edgard Blucher, 1977.
- SILVERSTEIN, R. M. . WEBSTER, F. X. . KIEMLE, D. J. *Identificação espectrométrica de compostos orgânicos*. 7^a ed. Rio de Janeiro; Livros Técnicos e Científicos, 2007.

BIBLIOGRAFIA

- WILLARD, H. H. . MERRITE, L.; DEAB, J.
Instrumentação analítica. Lisboa;
Fundação Calouste Gulbekian, 1989.
- HARRIS, C. D. . *Análise Química Quantitativa.* 7^a
Edição, Editora LTC; Rio de Janeiro, RJ, 2008

INTRODUÇÃO

- **PRINCIPAIS MÉTODOS E TIPOS DE ANÁLISES**
- **PRINCÍPAIS APLICAÇÕES**
- **IMPORTÂNCIA DA ANÁLISE INSTRUMENTAL**
- **PRINCIPAIS TERMOS COMUNS**
- **MÉTODOS (QUALITATIVOS E QUANTITATIVOS)**
- **ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE**

INTRODUÇÃO

PRINCIPAIS MÉTODOS E TIPOS DE ANÁLISES

- **Método** **Análise**
- **Clássico**
 - -Gravimetria
 - -Volumetria
- **Ópticos**
 - -Espectroscopia de Emissão
 - -Espectroscopia de Absorção
 - -Turbidimetria
 - -Nefelometria
 - -Polarimetria
 - -Refratometria

INTRODUÇÃO

PRINCIPAIS MÉTODOS E TIPOS DE ANÁLISES

- **Método** **Análise**
- **Eletroanalíticos**
 - Condutimetria
 - Potenciometria
 - Amperometria
 - Coulometria
 - Polarografia

INTRODUÇÃO

PRINCIPAIS MÉTODOS E TIPOS DE ANÁLISES

- **Método** **Análise**
- **Sofisticados**
- -Ressonância Magnética Nuclear (RMN)
- -Espectrometria de Massa (MS)
- -Cromatografia a gás (CG)
- -Cromatografia Líquida (HPLC) (CLAE)
- -Cromatografia Ions (CI)
- -Cromatografia Líquida (GPC)
- -Condutividade Térmica (TG) (TGA) (DSC)
- -Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)
- -Raio-X
- -Análise Elementar (AE)
- -Infravermelho (FT-IR)
- -Entre Outros

INTRODUÇÃO

PRINCIPAIS APLICAÇÕES DA ANÁLISE INSTRUMENTAL

- Quantitativa e Qualitativa
- Matéria Prima/Produto Acabado
- Processos Industriais
- Subprodutos/Descartes
- Legislação (composição máxima e mínima)
- Meio Ambiente
- Entre outros

INTRODUÇÃO

IMPORTÂNCIA DA ANÁLISE INSTRUMENTAL

- **QUÍMICA:** Química Orgânica; Química Inorgânica; Físico-Química e Polímeros.
- **CIÊNCIA DO MEIO AMBIENTE:** Ecologia; Meteorologia e Oceanografia.
- **AGRICULTURA:** Agronomia; Ciências dos Animais; Ciência da Alimentação; Horticultura e Ciências dos Solos.
- **GEOLOGIA:** Geofísica; Geoquímica; Paleontologia e Paleobiologia.
- **BIOLOGIA:** Botânica; Genética; Microbiologia; Biologia Molecular e Zoologia.
- **FÍSICA:** Astrofísica; Astronomia; Biofísica.

INTRODUÇÃO

IMPORTÂNCIA DA ANÁLISE INSTRUMENTAL

- **ENGENHARIA:** Eng. Química; Eng, Civil; Eng. Elétrica; Eng. Mecânica; Eng. Materiais e Eng. Bioquímica.
- **MEDICINA:** Química Clínica; Química Medicinal; Toxicologia.
- **FARMÁCIA:** Análise clínicas; Hematologia; medicamentos.
- **CIÊNCIAS SOCIAIS:** Forense; Arqueologia; Antrpologia.
- **CÍENCIAS DOS MATERIAIS:** Metalurgia; Polímeros.

INTRODUÇÃO

IMPORTÂNCIA DA ANÁLISE INSTRUMENTAL

**NATUREZA INTERDISCIPLINAR DA
ANÁLISE INSTRUMENTAL**

INTRODUÇÃO

TERMOS COMUNS

- **Análise qualitativa** revela a *identidade* dos elementos e compostos de uma amostra.
- **Análise quantitativa** indica a *quantidade* de cada substância presente em uma amostra.
- **Analitos** são os componentes de uma amostra a ser determinados.
- **AMOSTRA (S+L+G)**

INTRODUÇÃO

MÉTODOS ANALÍTICOS QUANTITATIVOS

- **Calculamos a partir de duas medidas.**
 - **A primeira é a massa ou o volume de uma amostra que está sendo analisada.**
 - **A segunda é a medida de alguma grandeza que é proporcional à quantidade do analito presente na amostra**

INTRODUÇÃO

MÉTODOS ANALÍTICOS QUANTITATIVOS

- **Geralmente essa segunda medida completa a análise, e classificamos os métodos analíticos de acordo com a natureza dessa medida final.**

INTRODUÇÃO

MÉTODOS ANALÍTICOS QUANTITATIVOS

- Os métodos gravimétricos determinam a massa do analito ou de algum composto quimicamente a ele relacionado.
- Em um método volumétrico, mede-se o volume da solução contendo reagente em quantidade suficiente para reagir com todo analito presente.
- Os métodos eletroanalíticos envolvem a medida de alguma propriedade elétrica.

INTRODUÇÃO

MÉTODOS ANALÍTICOS QUANTITATIVOS

- Os métodos espectroscópicos baseiam-se na medida da interação entre a radiação eletromagnética e os átomos ou as moléculas do analito.
- Finalmente, um grupo de métodos variados inclui outras medidas.

INTRODUÇÃO

ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

- **1. Seleção do Método**
- **2. Amostragem (outra Aula)**
- **3. Tratamento da Amostra**
- **4. Medida Analítica**
- **5. Relatório e Resultados**

INTRODUÇÃO

- **ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE**
- **1. Seleção do Método**
 - Deve ser preciso, exato, sensível, seletivo e robusto.
 - Analista deve conhecer os detalhes práticos e seus princípios teóricos
 - Custo *versus* número de amostra
 - Complexidade da amostra e a quantidade de analíto presente na amostra

INTRODUÇÃO

- **ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE**
- **1. Seleção do Método**
- Os métodos podem ser encontrados em livros, manuais e artigos científicos
 - **AOAC** (ASSOCIATION OFFICIAL OF ANALYTICAL CHEMISTRY)
 - **IUPAC** (INTERNATIONAL UNION PURE AND APPLIED CHEMISTRY)

INTRODUÇÃO

- **ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE**
- **1. Seleção do Método**
 - **ASTM (AMERICAN SOCIETY OF TEST MATERIAL)**
 - **MANUAL DE MÉTODO DE ANÁLISE DO INSTITUTO ADOLFO LUTZ**
- **Standard Methods for the examination of water and wastewater**
 - **Acesso a base de dados on-line:**
www.scielo.org
 - **www.sciencedirect.com**

INTRODUÇÃO

- **ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE**

2. Amostragem (Próxima Aula- Prof. Bruno)

ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

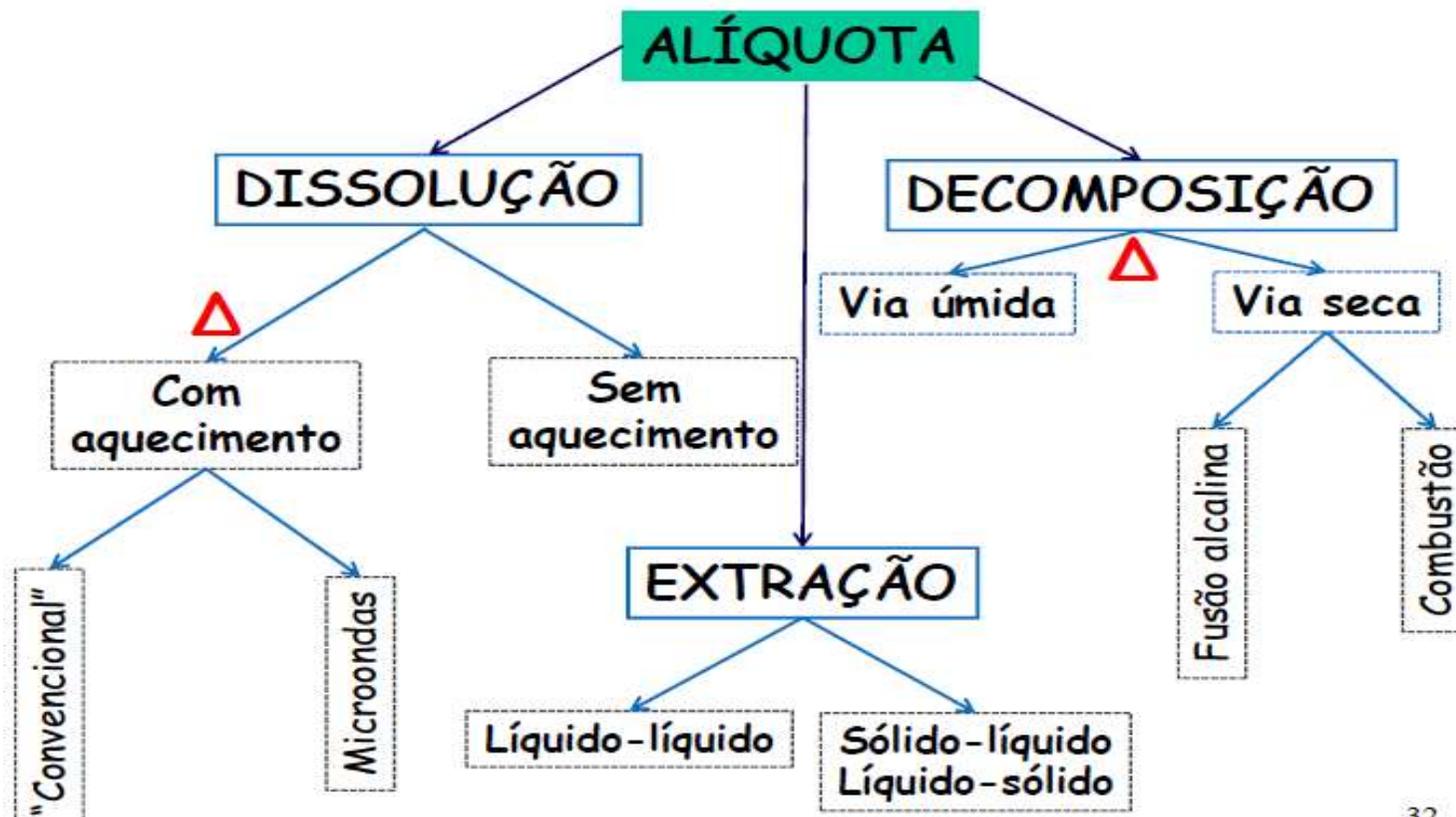
2. Amostragem/Armazenamento

PARAMETRO	PRESERVAÇÃO	FRASCO	VALIDADE
pH e Temperatura	-	Plástico/vidro	Immediatament <i>(in situ)</i>
Br ⁻ , Cl ⁻ , F ⁻	-	Plástico/vidro	Até 28 dias
Cl ⁻	-	Plástico/vidro	Immediatament <i>(in situ)</i>
I ⁻	Refrigeração em 4° C	Plástico/vidro	Até 24 horas
NO ₃ ⁻ , NO ₂ ⁻	Refrigeração em 4° C	Plástico/vidro	Até 48 horas
S ²⁻	Refrigeração em 4° C Adição de ZnAc e Na OH em pH=9	Plástico/vidro	Até 7 dias
Metais dissolvidos	Filtrar <i>in situ</i> Acidificar (pH=2, com HNO ₃)	Plástico	6 mese
Metais totais	Acidificar (pH=2, com HNO ₃)	Plástico	6 meses
Cr(VI)	Refrigeração em 4° C	Plástico	24 horas
Hg	Acidificar (pH=2, com HNO ₃)	Plástico	28 dias
Carbono orgânico	Refrigeração em 4° C	Plástico ou vidro ambar	28 dias
PCBs	Refrigeração em 4° C	Vidro ou teflon	7 dias para extrair
DBO, DQO	Refrigeração em 4° C	Plástico/vidro	48 e 28horas (Respectivamente) ³⁸

ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

3. Tratamento da Amostra (Fluxograma)

O Preparo da Amostra

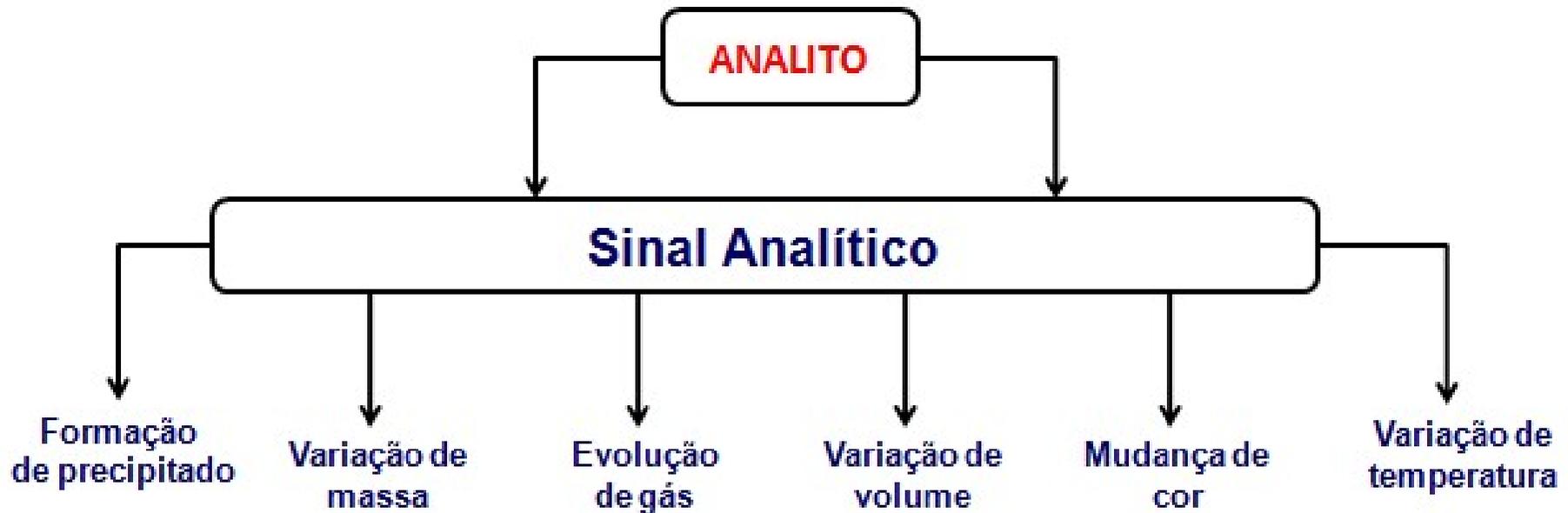


32

INTRODUÇÃO

ETAPAS ENVOLVIDAS NUMA ANÁLISE

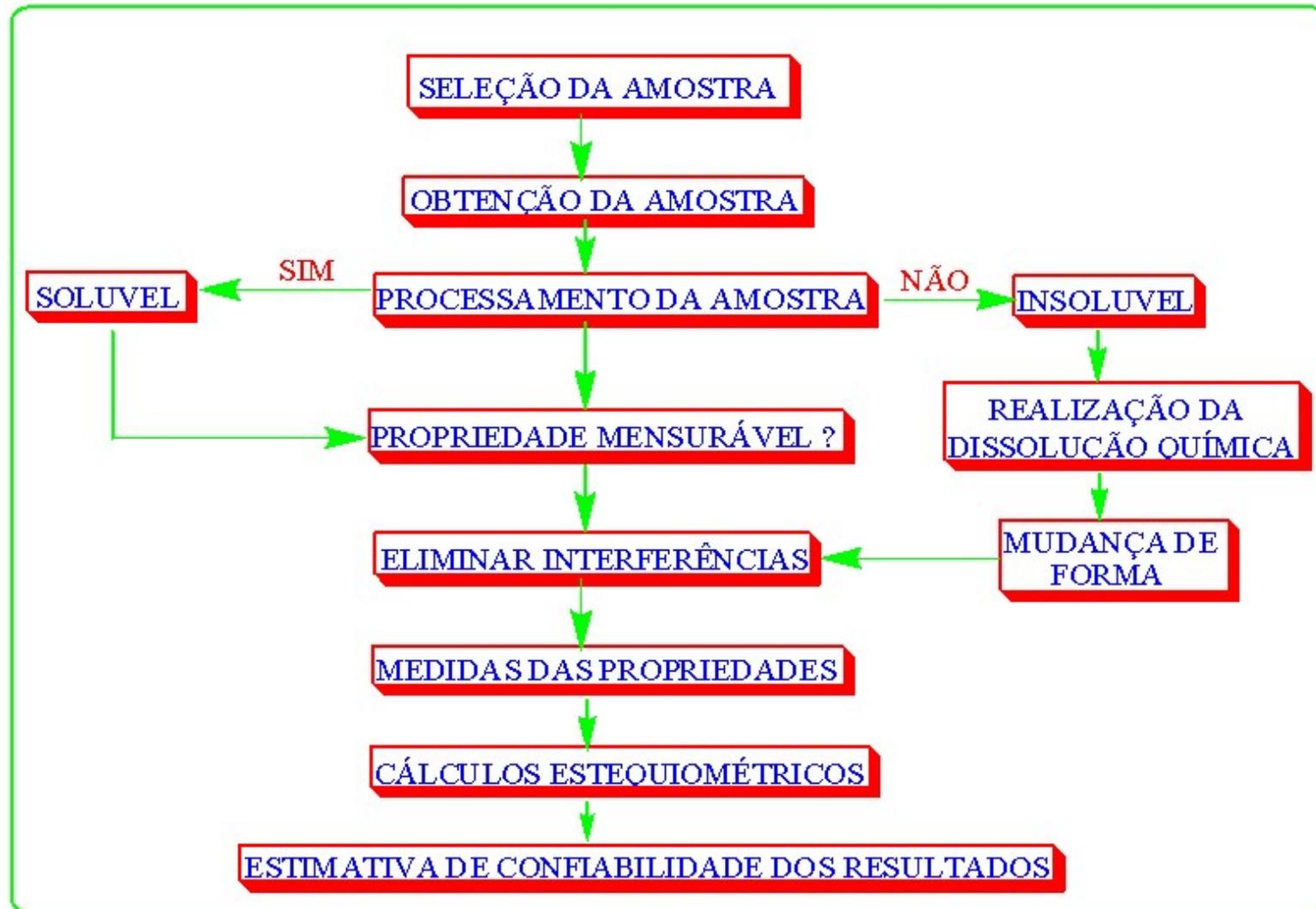
- 4. Medida Analítica (Escolha do método)



INTRODUÇÃO

- 4. Medida Analítica

5. Relatório



INTRODUÇÃO

- **ESCOLHA DO MÉTODO**
- A **primeira etapa** de uma análise quantitativa algumas vezes a escolha é difícil e requer experiência, assim como intuição.
- Uma das **primeiras questões** a ser considerada no processo de seleção é o nível de exatidão requerido.
- Infelizmente, a **alta confiabilidade quase sempre requer grande investimento de tempo e recursos.**

INTRODUÇÃO

- **ESCOLHA DO MÉTODO:**
- Uma **segunda consideração** esta relacionada com o fator econômico é o número de amostras que serão analisadas.
- **Se temos apenas uma única amostra, ou algumas poucas amostras.**
- **Finalmente, a complexidade e o número de componentes presentes da amostra sempre influenciam, de certa forma, a escolha do método.**

INTRODUÇÃO

TIPOS DE ANÁLISE

- **Análise elementar:** determina-se a quantidade de cada elemento na amostra,
- **Análise parcial:** determina-se apenas certos constituintes da amostra.
- **Análise completa:** determina-se a proporção de cada componente da amostra.
- **Análise de constituintes - traço:** caso especial da análise parcial,

INTRODUÇÃO

TIPOS DE ANÁLISE

Classificação das análises químicas de acordo com o tamanho da amostra

TABELA

Tipo de análise	Quantidade de amostra
Macro	$> 0,1 \text{ g}$
Meso (semimicro)	de 10^{-2} a 10^{-1} g
Micro	de 10^{-3} a 10^{-2} g
Submicro	de 10^{-4} a 10^{-3} g
Ultramicro	$< 10^{-4} \text{ g}$

INTRODUÇÃO

TIPOS DE ANÁLISE

Classificação das análises químicas de acordo com a proporção do constituinte.

TABELA

Tipo de constituinte	Porcentagem do constituinte
Constituinte principal	1 a 100%
Microconstituinte	0,01 a 1%
Traço	10^{-2} a 10^{-4} ppm
Microtraço	10^{-4} a 10^{-7} ppm
Nanotraço	10^{-7} a 10^{-10} ppm

INTRODUÇÃO

DEFINIÇÃO DE RÉPLICAS DAS AMOSTRAS

- **Realizar a análise química em réplicas**
- **-Triplicata**
- **-Qualidade dos resultados**
- **-Governo brasileiro (Anvisa) variação de até 20 % do valor declarado pelo rótulo**

INTRODUÇÃO

PREPARO DE SOLUÇÕES

- **Análises químicas são realizadas com soluções das amostras.**
- **Solvente deve dissolver a amostra não levar a perda ou alterar o analito.**
- **Tratamentos com soluções aquosas de ácidos fortes, bases fortes, agentes oxidantes, agentes redutores.**

INTRODUÇÃO

O QUE SÃO INTERFERENTES?

- São compostos que impedem a determinação direta do analito e que causam erro na análise.

INTRODUÇÃO

• PRINCIPAIS MODOS DE
ELIMINAÇÃO DE INTERFERENTES
SÃO

• Precipitação seletiva, oxidação
(redução) seletiva, troca iônica, e
reação de derivatização, entre
outros

RECORDAÇÃO

DIFERENÇAS ENTRE TÉCNICAS, MÉTODOS, PROCEDIMENTOS E PROTOCOLOS

- **TÉCNICAS:** é um princípio químico ou físico que pode ser usado para análise de uma amostra. (Exemplos: Espectrometria (Absorção), Tíbulometria).
- **MÉTODO:** é a aplicação de uma técnica para determinação de um analito específico em uma matriz específica. (Exemplo: Determinação de teor de vitamina C em suplementos vitamínicos por tíbulometria de óxido-redução).

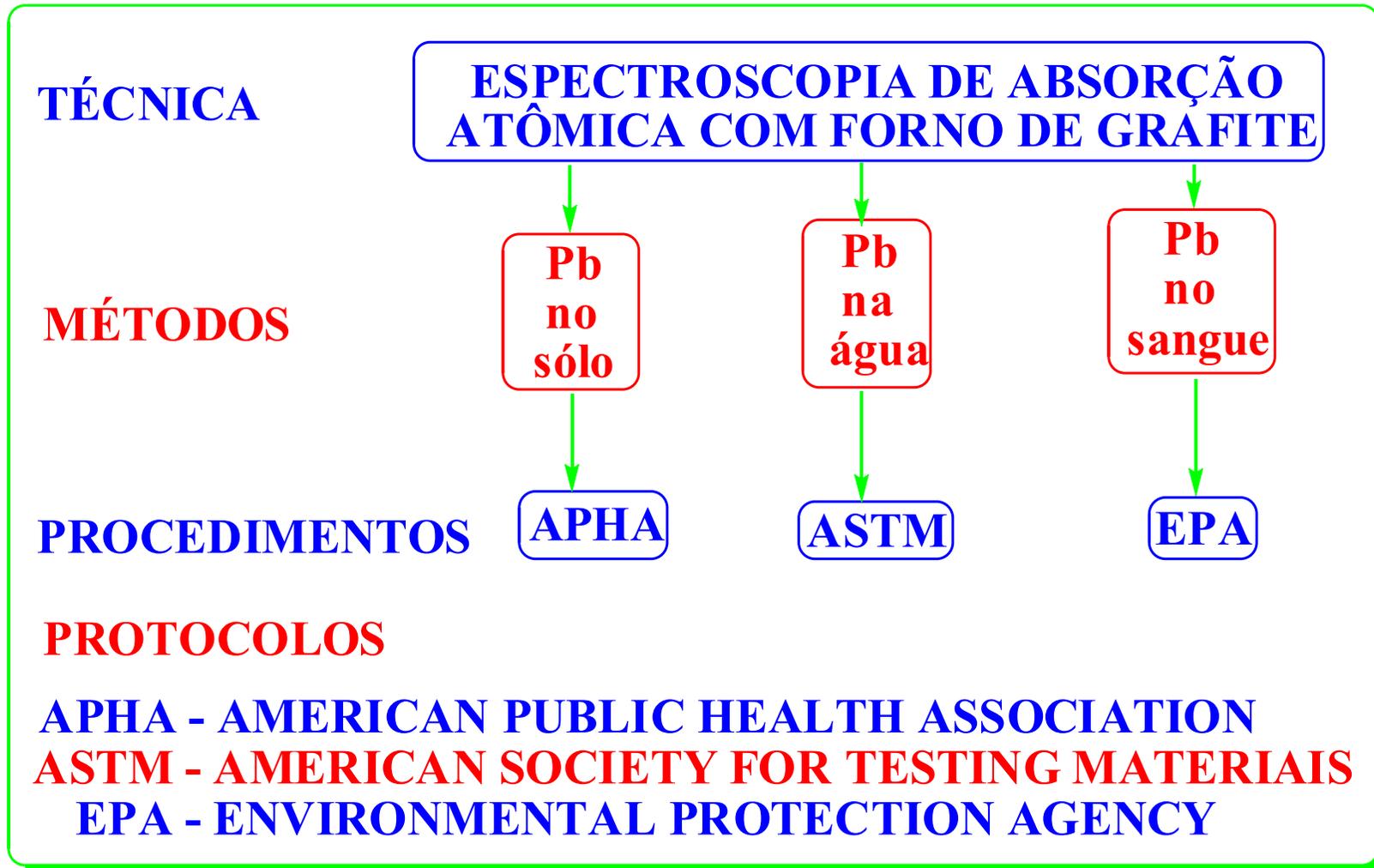
RECORDAÇÃO

DIFERENÇAS ENTRE TÉCNICAS, MÉTODOS, PROCEDIMENTOS E PROTOCOLOS

- **PROCEDIMENTO:** é um conjunto de diretrizes escritas, que detalham como aplicar um método para uma amostra particular, incluindo informações sobre amostragem adequada, eliminação de interferências e validação dos resultados.
 - **Exemplo:** determinação de vitamina C segundo o procedimento do Instituto Adolfo Lutz.
- **PROTOCOLO:** é um conjunto de orientações escritas, que detalham um procedimento que deve ser seguido para aceitação da análise pelo organismo oficial que estabeleceu o protocolo.
 - **Exemplo:** determinação de um medicamento segundo procedimento da farmacopéia brasileira.

RECORDAÇÃO

- EXEMPLOS: (ESQUEMA)



ANALISE INSTRUMENTAL

VAMOS PARA 2ª PARTE (1ª AULA)