

MÉTODOS DE PREPARO DE AMOSTRAS PARA ANÁLISE ELEMENTAR



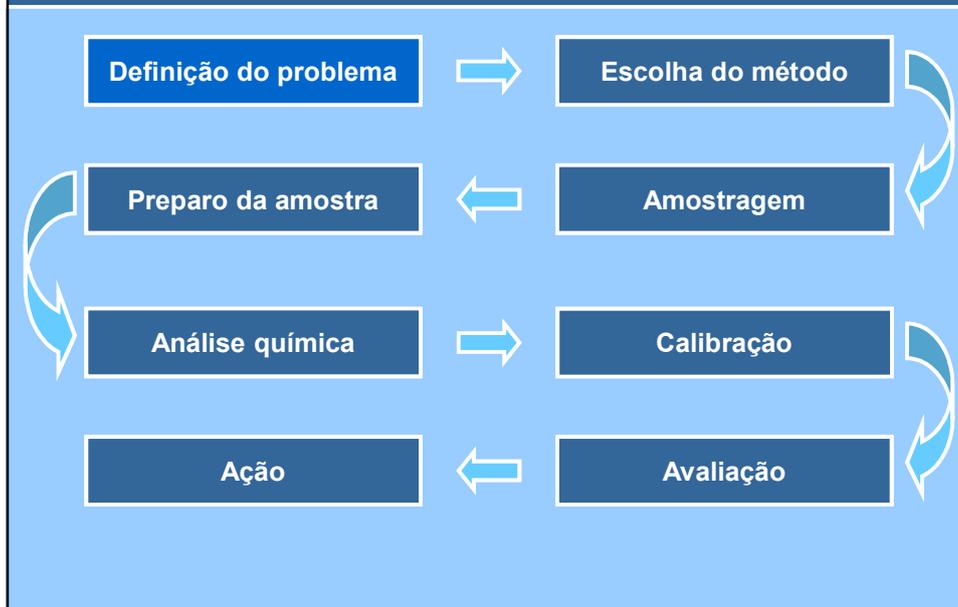
Francisco José Krug
fjkrug@cena.usp.br

Marcos Kamogawa
kamogawa@usp.br

OBJETIVOS

Apresentar aos alunos os fundamentos sobre os métodos clássicos e avanços recentes no preparo de amostras, visando à determinação de elementos em materiais de interesse agronômico e ambiental. Pretende-se oferecer uma visão abrangente e crítica sobre vantagens e limitações de uma análise química observando, cuidadosamente, as boas práticas laboratoriais.

ETAPAS DE UMA ANÁLISE QUÍMICA



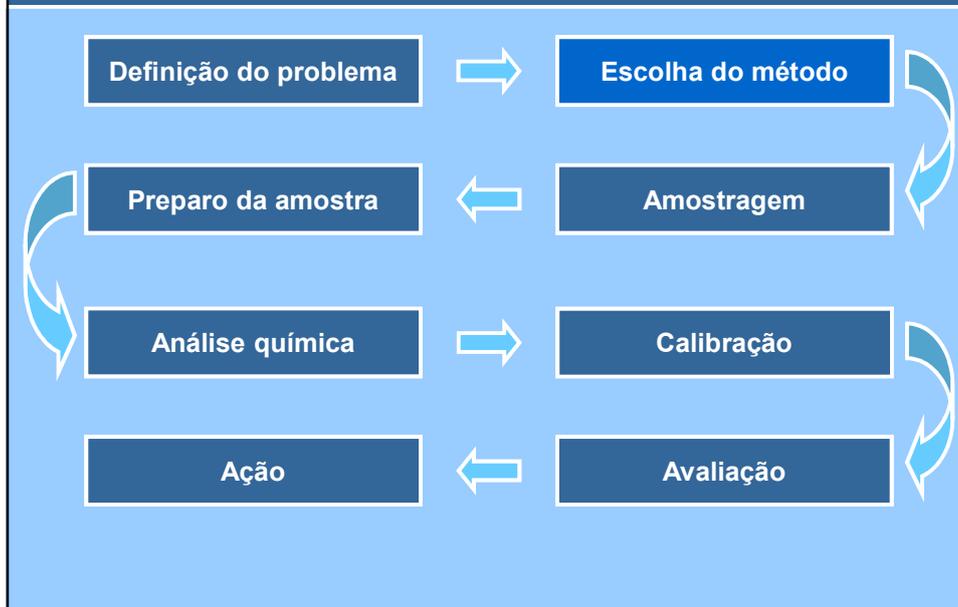
DEFINIÇÃO DO PROBLEMA

Este é o primeiro passo no planejamento de uma análise:

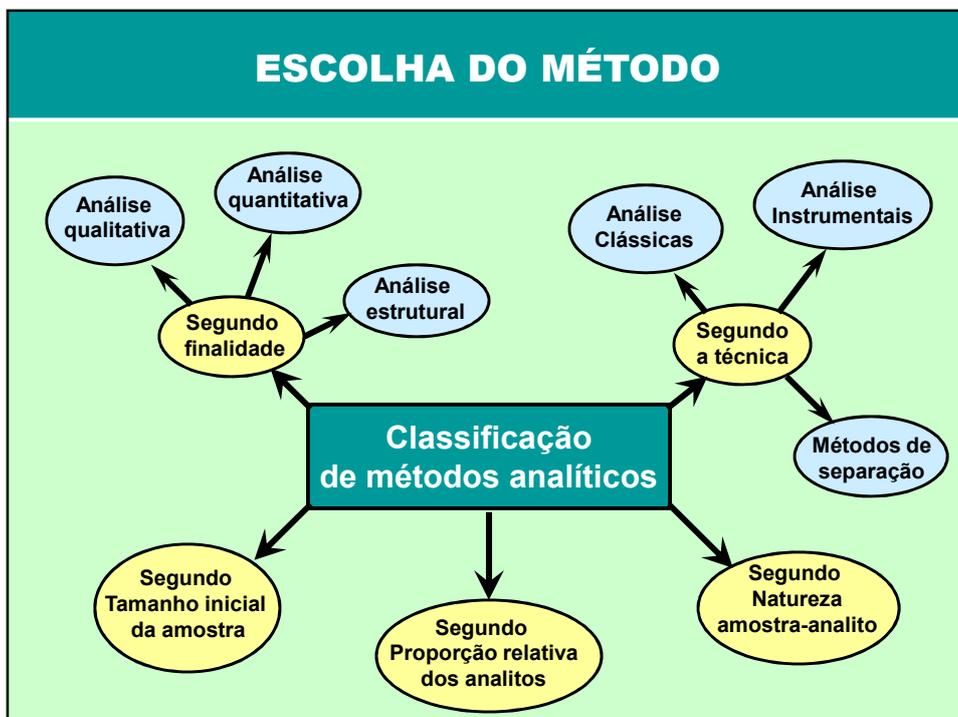
“Qual é a informação analítica desejada?”

- Será que o solo está deficiente de algum nutriente?
- Será que o solo está contaminado com algo nocivo a cultura?
- Será alguma doença?

ETAPAS DE UMA ANÁLISE QUÍMICA



ESCOLHA DO MÉTODO



FINALIDADE

“O que eu quero descobrir?”

- Análise qualitativa? **O que é que tem !**
- Análise quantitativa? **Quanto é que tem !**
- Análise estrutural? **Qual a forma química !**

FINALIDADE

Análise estrutural

Análise Quantitativa

Análise Qualitativa

TAMANHO INICIAL DA AMOSTRA

**“Quanto eu tenho de amostra?
Qual a quantidade?”**

Macro análise	Semi-Micro análise	Micro análise
<ul style="list-style-type: none"> • Solo • Minério • Grãos • Águas • etc... 	<ul style="list-style-type: none"> • Plantas • Frutos • Minérios • Animais • etc... 	<ul style="list-style-type: none"> • Poeira • Insetos • Clinicas • Forense • etc...

PROPORÇÃO RELATIVA DOS ANALITOS

“Qual é a concentração do analito na amostra?”

Amostra Analito	Pequena	Grande
Traço <0,01%	Determinação de Cd em formigas	Determinação de Pb em amostras de solos
Micro <1%	Determinação de Mg em frutos	Determinação de Zn em amostras de solos
Macro >1%	Determinação de Fe em amostras de sangue	Determinação de Cu em amostras de minério de cobre

NATUREZA AMOSTRA-ANALITO

“Qual é a composição da amostra e do analito? Qual o preparo da amostra mais adequado?”



NATUREZA AMOSTRA-ANALITO

Amostra - Analito	Exemplo
Inorgânica – inorgânica	Ouro em minerais
Inorgânica – orgânica	Pesticida em solos
Inorgânica – bioquímica	Moléculas em meteoritos
orgânica – inorgânica	Metais em fármacos
orgânica – orgânica	Compostos em petróleo
orgânica – bioquímica	Enzima em solvente
bioquímica – inorgânica	Ferro em sangue
bioquímica – orgânica	Drogas em urina
bioquímica – bioquímica	Proteínas em leite

ESCOLHA DA TÉCNICA

“Qual é a melhor técnica para analisar minha amostra?”

- Avaliar a finalidade
- Tamanho da amostra
- Proporção relativa dos analitos
- Natureza da amostra - analito

A resposta será dada pelas perguntas Anteriores.

ESCOLHA DA TÉCNICA

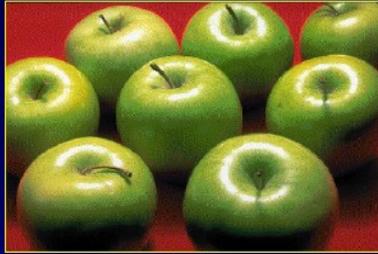
Clássicos

**Volumetria
Gravimetria**

Instrumentais

**Espectrofotometria UV/Vis
Fotometria chama
FAAS
ICP OES
ICP MS
outros**

Amostras biológicas



- Tecidos vegetais: -
folhas, raízes, frutos
- Tecidos animais: -
sangue, urina, ossos
(dentes)
- Alimentos

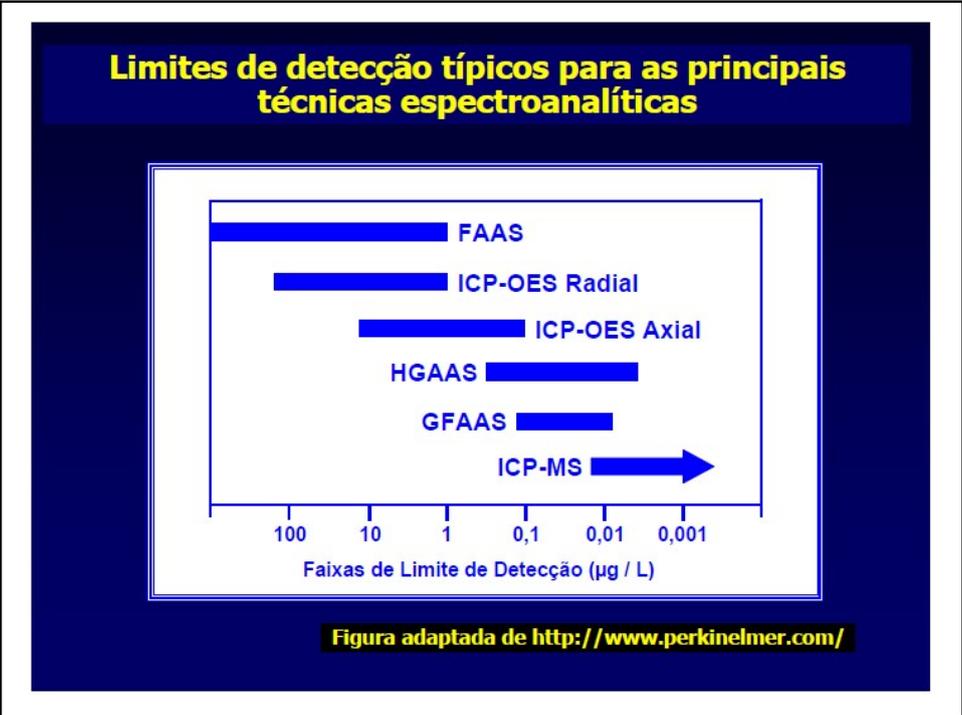
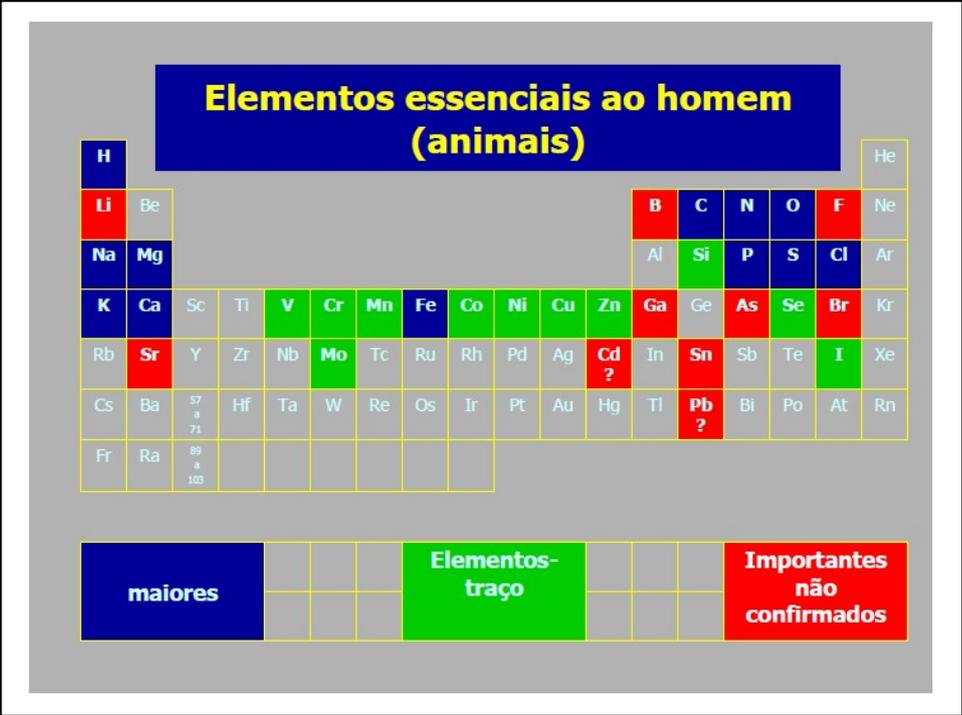
Elementos essenciais aos vegetais

H																	He
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ar
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
Cs	Ba	<small>57 a 71</small>	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn
Fr	Ra	<small>89 a 103</small>															

90 a 95% da
matéria seca

5 a 10 % da
matéria seca

< 0,2% da
matéria seca



Análise foliar por espectrometria de absorção atômica (AAS) e emissão ótica com plasma (ICPOES)

H																	He
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ar
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
Cs	Ba	<small>57 a 71</small>	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn
Fr	Ra	<small>89 a 103</small>															

- FAAS
- ICPOES
- GFAAS
- Outras técnicas

Análise de alimentos e AAS

H																	He
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ar
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
Cs	Ba	<small>57 a 71</small>	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn
Fr	Ra	<small>89 a 103</small>															

- FAAS
- GFAAS
- CVAAS
- HGAAS
- Outras técnicas

Análise de alimentos: AAS e ICPOES

H																	He
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ar
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
Cs	Ba	57 a 71	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn
Fr	Ra	89 a 103															

ICPOES

GFAAS

CVAAS

HG-ICPOES

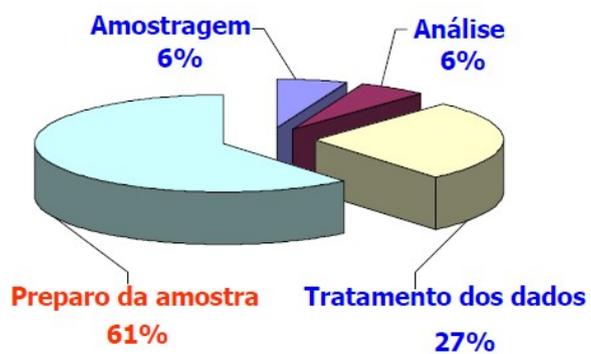
Outras técnicas

A importância do preparo de amostras nos métodos analíticos

Nível de importância	Porcentagem
Máxima	60,6%
Moderada	31,0%
Mínima	6,8%
Nenhuma	1,6%

http://www.sampleprep.duq.edu/dir/why_sp_1.html
 Adaptado de Ronald E. Major "An overview of sample preparation", LC-GC, vol 9, nº1, 1991.

Tempo gasto na análise química



http://www.sampleprep.duq.edu/dir/why_sp_2.html
Adaptado de Ronald E. Major "An overview of sample preparation", LC-GC, vol 9, nº1, 1991.

ESTUDO DE CASO

Avaliação dos teores de mercúrio em águas e sedimentos



ETAPAS DE UMA ANÁLISE QUÍMICA

Definição do problema



Escolha do método

Preparo da amostra



Amostragem

Análise química



Calibração

Ação



Avaliação

Níveis típicos de mercúrio em amostras ambientais

Ar	1 - 4 ng m ³
Chuva	5 - 100 ng l ⁻¹
Oceano aberto	0,5 - 3 ng l ⁻¹
Água costeira	2 - 15 ng l ⁻¹
Rios e lagos	1 - 3 ng l ⁻¹
Sedimentos e solos	< 700 ng g ⁻¹
Sedimentos marinhos	< 100 ng g ⁻¹
Solos contaminados	50 - 100 µg g ⁻¹

fkrug@cena.usp.br

Escolha do método

Espectrometria de absorção atômica com geração de vapor a frio (CVAAS)

LOD = 1 a 500 ng l⁻¹ Hg

espectrometria de fluorescência atômica com geração de vapor a frio (CVAFS)

LOD = 0,5 ng l⁻¹ Hg

fkrug@cena.usp.br