

Universidade Federal do Paraná
Departamento de Química

QUÍMICA ANALÍTICA FUNDAMENTAL

Mitos e verdades da análise química



Prof. Dr. Patricio Peralta-Zamora
Profa. Dra. Noemi Nagata
Prof. Dr. Dênio E. Pires Souto





Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto

ATRIBUIÇÕES DO ENGENHEIRO QUÍMICO

(Conselho Regional Química)

(Resolução Normativa do CFQ nº 36, de 25/4/1974)

Compete ao engenheiro químico as seguintes atividades referentes à área química

- 1 - Direção, Supervisão e Responsabilidade Técnica.
- 2 - Assessoria, Consultoria e Comercialização.
- 3 - Perícia, Serviços Técnicos e Laudos.
- 4 - Magistério.
- 5 - Desempenho de Cargos e Funções Técnicas.
- 6 - Pesquisa e Desenvolvimento.
- 7 - Análise Química e Físico-química, Padronização e CQ.
- 8 - Produção, Tratamentos de Resíduos.
- 9 - Operação e Manutenção de Equipamentos.
- 10 - Controle de Operações e Processos.
- 11 - Pesquisa e Desenvolvimento de Processos Industriais.
- 12 - Execução de Projetos de Processamento.
- 13 - Estudo de Viabilidade Técnico – Econômica.
- 14 - Projeto e Especificações de Equipamentos.
- 15 - Fiscalização de Montagem e Instalação de Equipamentos.
- 16 - Condução de Equipe de Montagem e Manutenção.





QUÍMICA ANALÍTICA

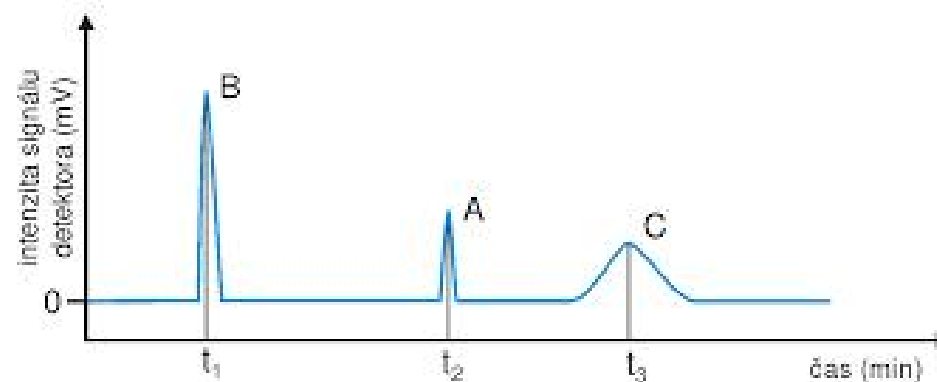
Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto

Desenvolvimento e aplicação de ferramentas úteis para a determinação quantitativa e qualitativa de espécies químicas de interesse.

ANÁLISE QUALITATIVA



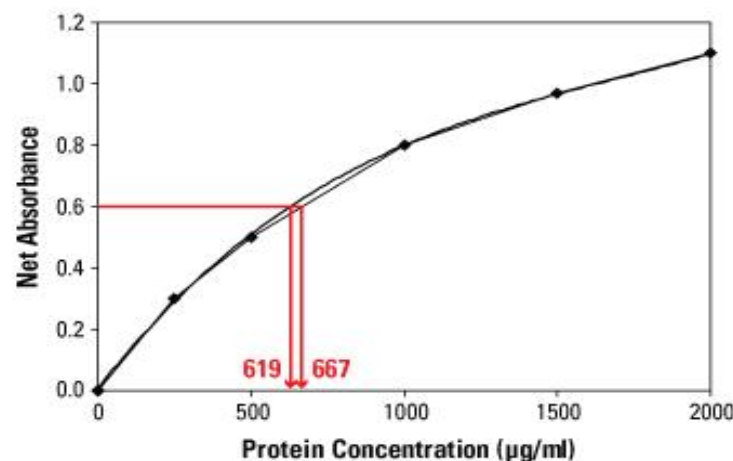
Identificação



ANÁLISE QUANTITATIVA



Quantificação



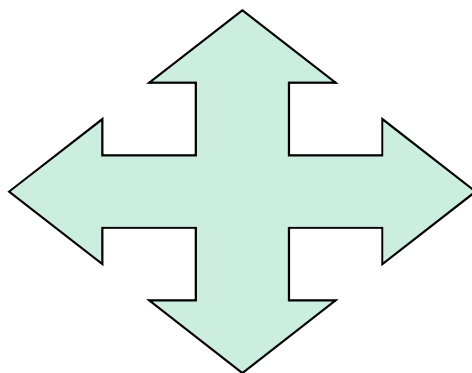


QUÍMICA ANALÍTICA

Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto

Inúmeras espécies
de interesse

**350.000 produtos
químicos registrados**

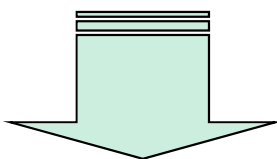


Matrizes de extrema
complexidade

**Águas naturais/Solos
Tecidos vegetai e animais
Fluidos corpóreos**

Concentrações cada
vez menores

**Traços
Ultra-traços**



GRANDE COMPLEXIDADE



Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto

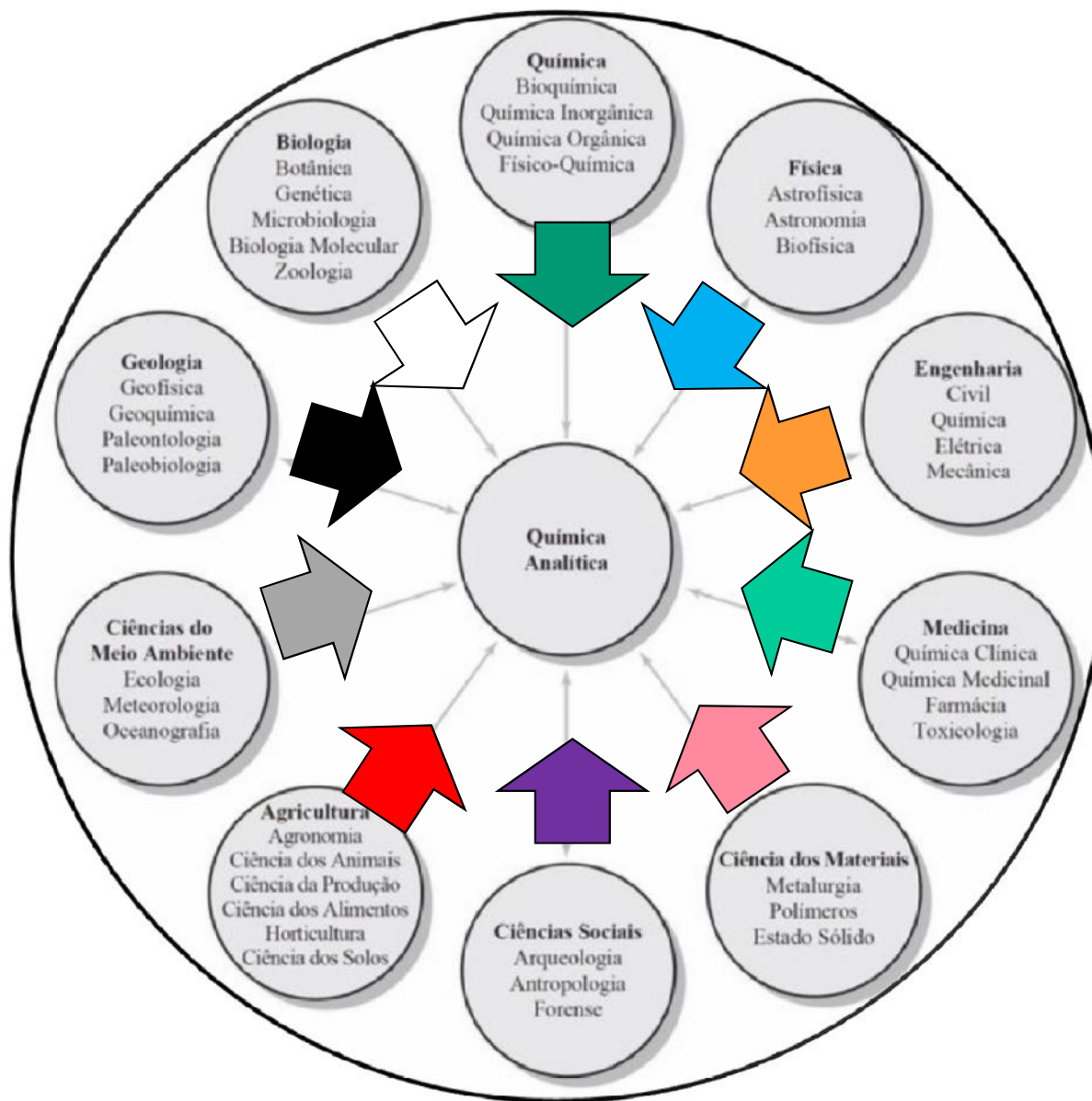
OS DESAFIOS DA QUÍMICA ANALÍTICA





Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto

OS DESAFIOS DA QUÍMICA ANALÍTICA





Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto

OS DESAFIOS DA QUÍMICA ANALÍTICA

Convencionais

Química Ambiental

Determinação da qualidade da água

Agronomia

Determinação da fertilidade do solo

Indústria

Matéria primas, controles em processo,
produtos acabados, resíduos, etc.





Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto

OS DESAFIOS DA QUÍMICA ANALÍTICA

Menos convencionais

Arqueologia
Datação

Arte
Autenticação

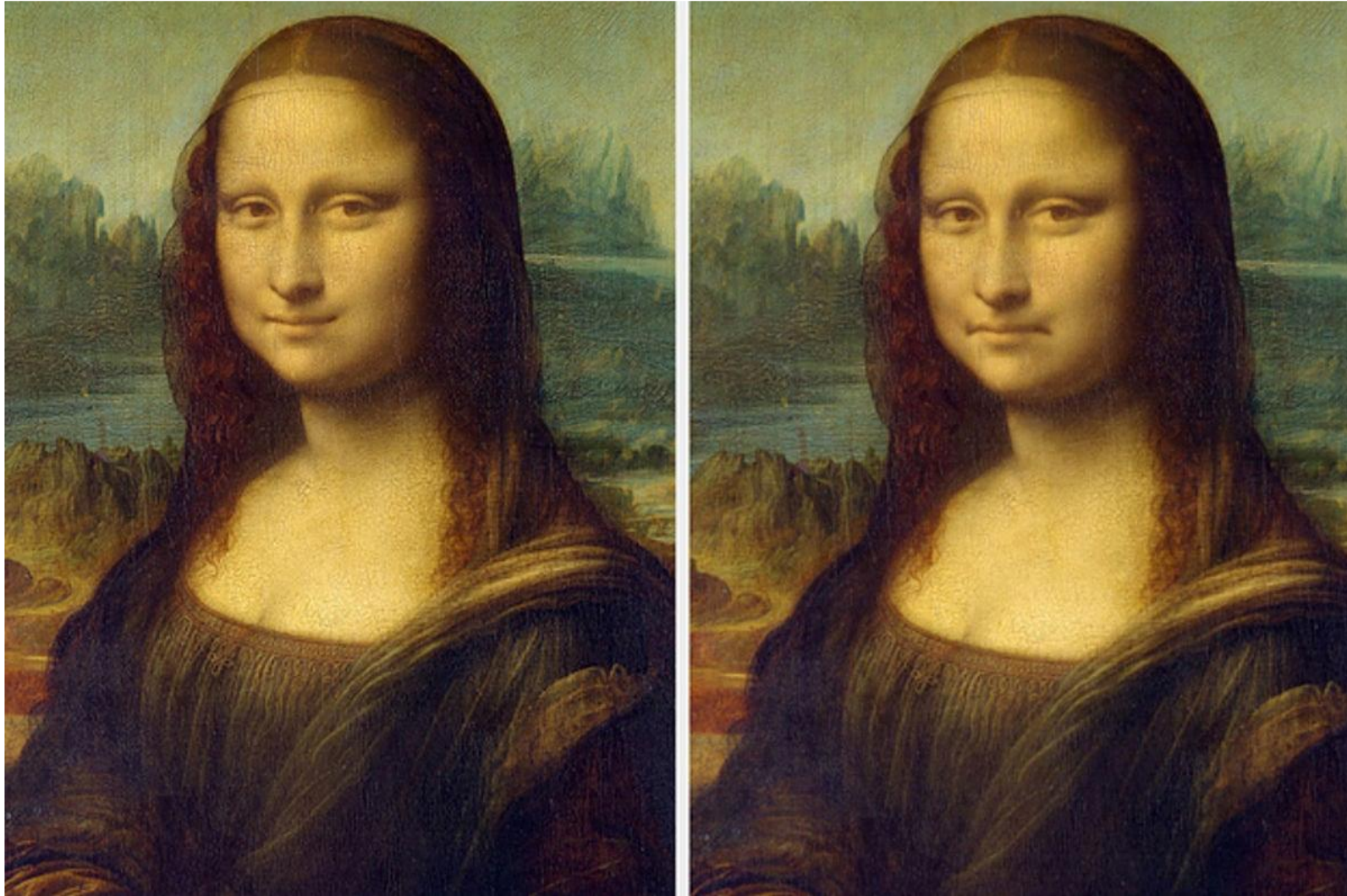
Ciência forense
Identificação de fraudes, drogas, etc.





Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto

VERDADEIRA OU FALSA?

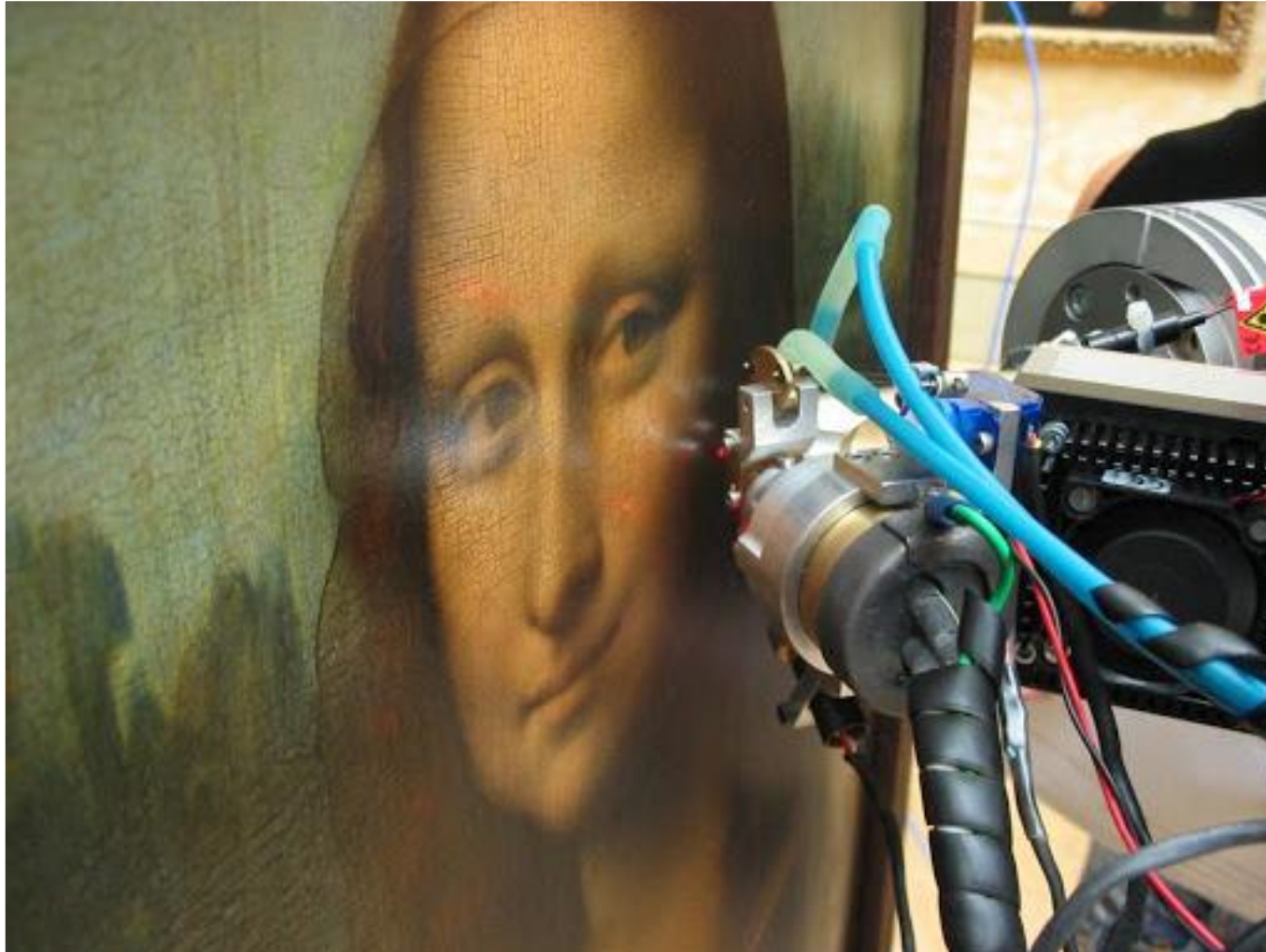


<https://www.buzzfeed.com/audreyworboys/art-work-duplicate-trivia-quiz>



Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto

ANÁLISE INSTRUMENTAL



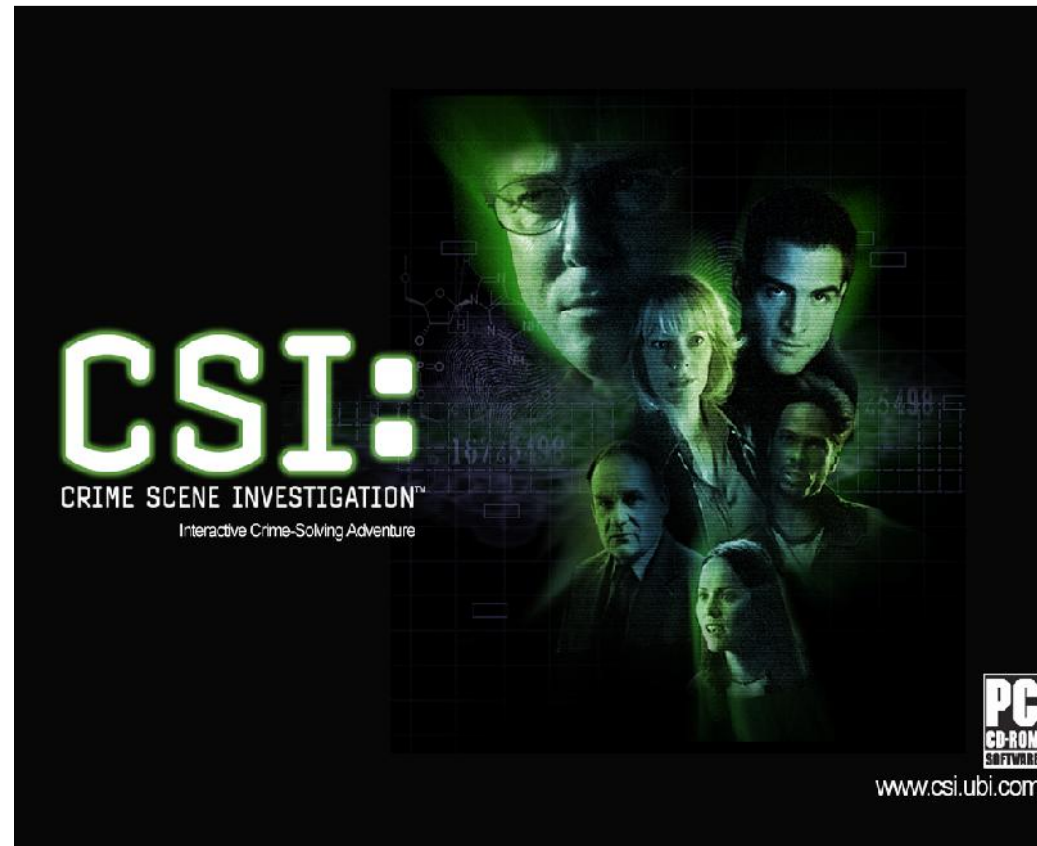
<http://enygf2015.org/program/technical-visits/louvre-rte/>



Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto

MITOS DA CIÊNCIA?

O CRIME NÃO COMPENSA!



A Ciência Forense não permite!



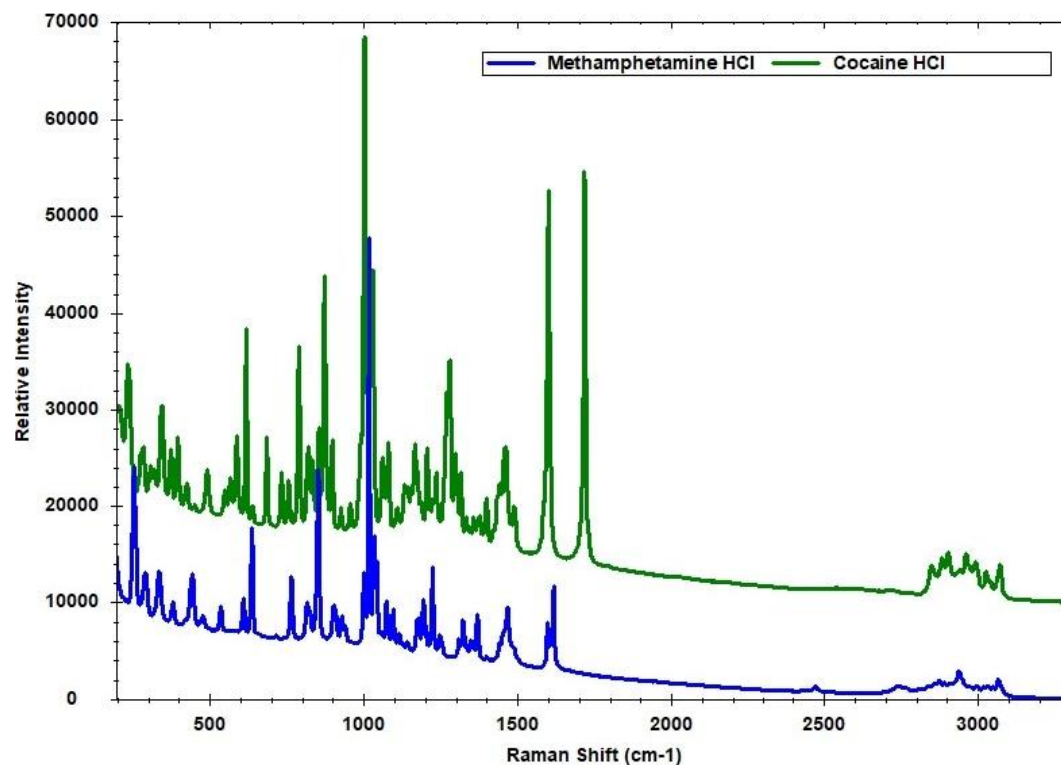
Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto





ANÁLISE FORENSE

Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto



<https://www.rigaku.com/de/products/raman/progeny>
<https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=16349>

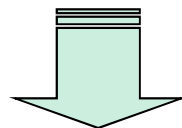


Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto

OS DESAFIOS DA QUÍMICA ANALÍTICA

OBJETIVOS

DESENVOLVER, MODIFICAR E COMBINAR TÉCNICAS ANALÍTICAS



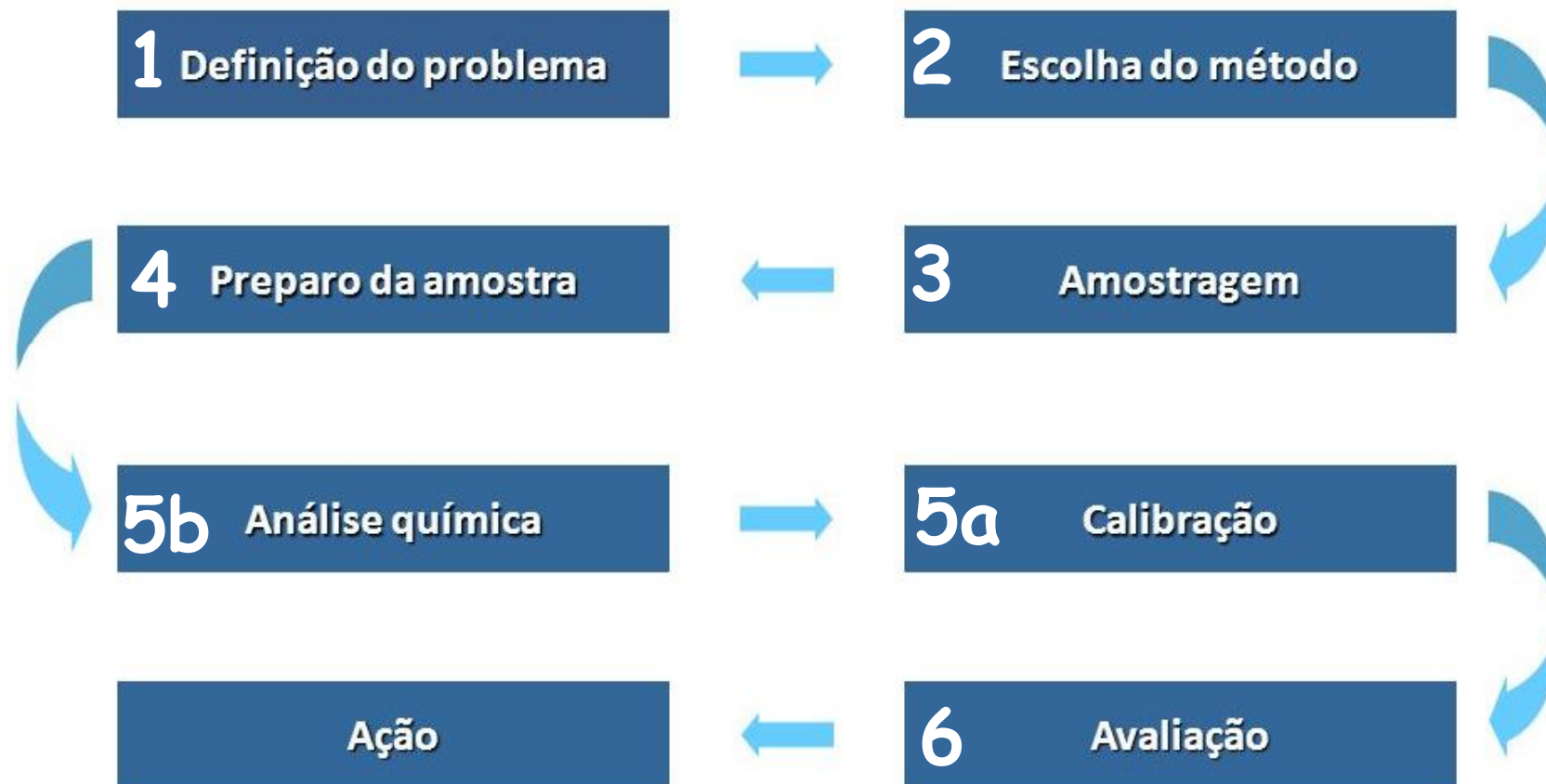
- Aumentar Sensibilidade
- Diminuir Interferências
 - Obter Especificação
- Diminuir Custos
- Aumentar velocidade
- Aumentar robustez





Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto

ETAPAS DA ANÁLISE QUÍMICA





Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto

DEFINIÇÃO DO PROBLEMA

OBJETIVO DA ANÁLISE

O que se pretende demonstrar? { **Fertilidade
Vs
Explosão**

Qual o uso que será dado ao resultado? { **Compra
Vs
Antidoping**

Qual o rigor analítico necessário?



Embora o rigor analítico seja recomendável em qualquer circunstancia, existem atenuantes que podem ser consideradas.



Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto

ESCOLHA DO MÉTODO

O ARSENAL DA QUÍMICA ANALÍTICA

Métodos clássicos

Titulometria e gravimetria

Métodos eletroanalíticos

Potenciometria, voltametria, etc.

Métodos espectroscópicos

Absorção, emissão, fluorescência, etc.

Métodos cromatográficos

Líquida, gasosa, etc.

Quando usar?
Como usar?
Como otimizar?
Como interpretar?





ESCOLHA DO MÉTODO

Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto

CRITÉRIOS

Compatibilidade entre a concentração da espécie de interesse e a sensibilidade fornecida pela ferramenta analítica.

Compatibilidade entre a complexidade da matriz (presença de interferentes) e a seletividade da técnica.

Facilidade na implementação da metodologia. Maior número de etapas (abertura, diluição, pré-concentração, separação, etc.), maior risco de contaminação ou perda da espécie de interesse. Assim, quanto mais simples, melhor.





ESCOLHA DO MÉTODO

CASOS ESPECIAIS

- Tamanho da amostra (análise clínica e forense)
- Necessidade de preservação (técnicas não-destrutivas, autenticação de obras de arte e peças arqueológicas).
- Velocidade de análise (controle de qualidade de processos industriais)
- Implementação de sistema on line (monitoramento contínuo, em tempo real).



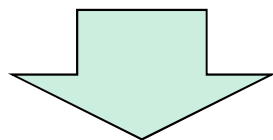


Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto

ESCOLHA DO MÉTODO

Toda análise química é complexa. Muito mais quando a espécie de interesse se encontra em baixa concentração e em uma matriz de grande complexidade.

Não conhecer a história de um objeto de análise (procedência, natureza, composição aproximada, etc.) é meio caminho andado para o fracasso analítico.



INFORME-SE





Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto

ESCOLHA DO MÉTODO

INFORMAÇÕES RELATIVAS À AMOSTRA

Faixa de concentração e forma química da espécie de interesse

Interferentes que puderem existir na matriz em análise.

O que já foi feito?





Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto

AS VERDADES DA ANÁLISE QUÍMICA



Em época de rede mundial de computadores
ignorância é crime!!!



Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto

DEFINIÇÃO DO PROBLEMA

CONSELHOS PRELIMINARES

“Porém, igual a um homem que caminha solitário e na absoluta escuridão, decidi ir tão lentamente, e usar de tanta ponderação em todas as coisas, que, mesmo se avançasse muito pouco, ao menos evitaria cair”



René Descartes
(Discurso do método)



Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto

AS VERDADES DA ANÁLISE QUÍMICA

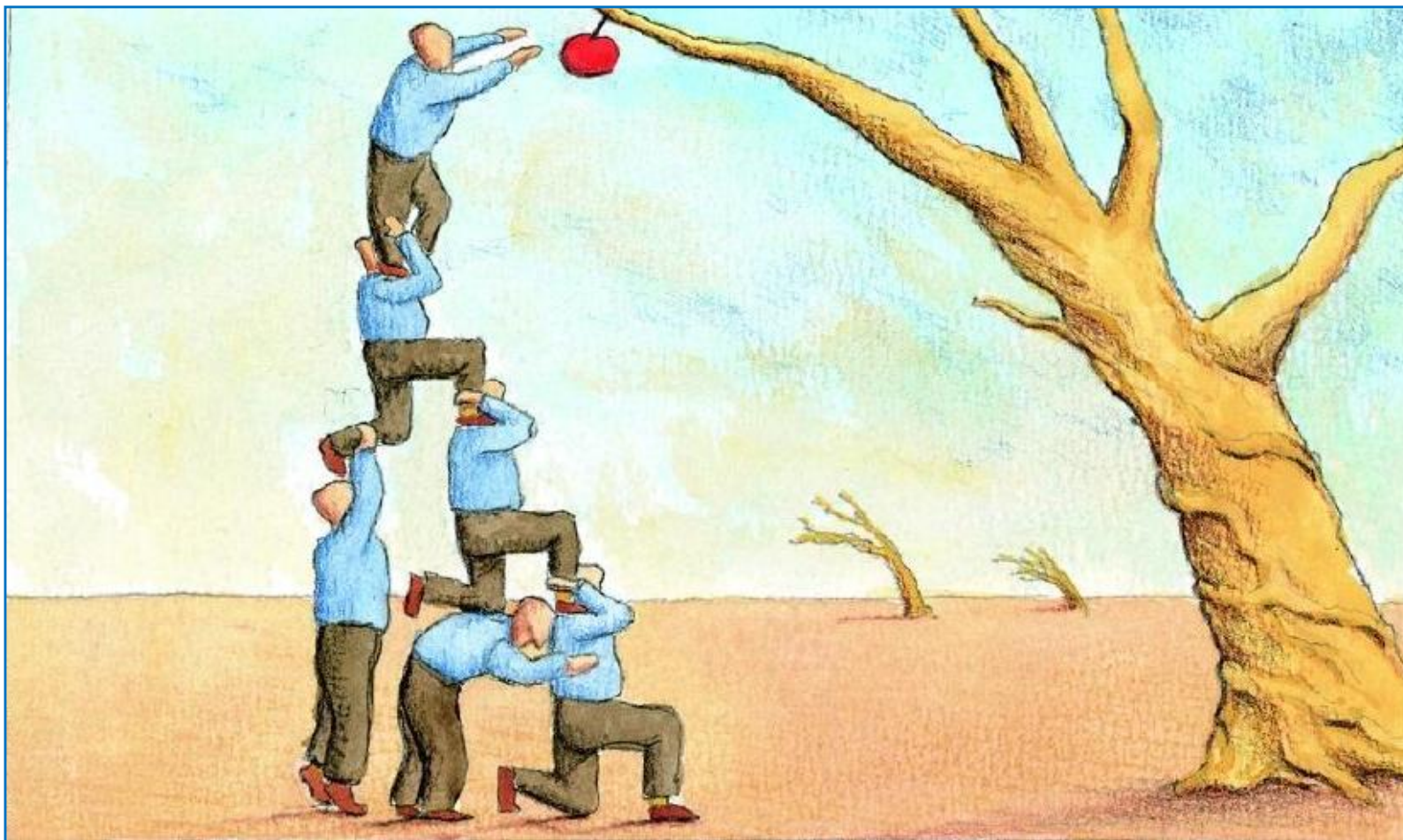
- ❖ A Química Analítica deixou de ser uma especialidade que pudesse ser dominada por apenas um especialista.
- ❖ Seguindo a tendência da ciência moderna, os profissionais desta área foram obrigados a optar por uma sub-especialidade.
- ❖ Desta forma, surgiram os especialistas em técnicas espectroscópicas, eletroquímicas, cromatográficas, etc., sub-especialidades estas, que ainda podem ser divididas, em função do grande e crescente número de técnicas instrumentais que são desenvolvidas a cada ano.





Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto

AS VERDADES DA ANÁLISE QUÍMICA

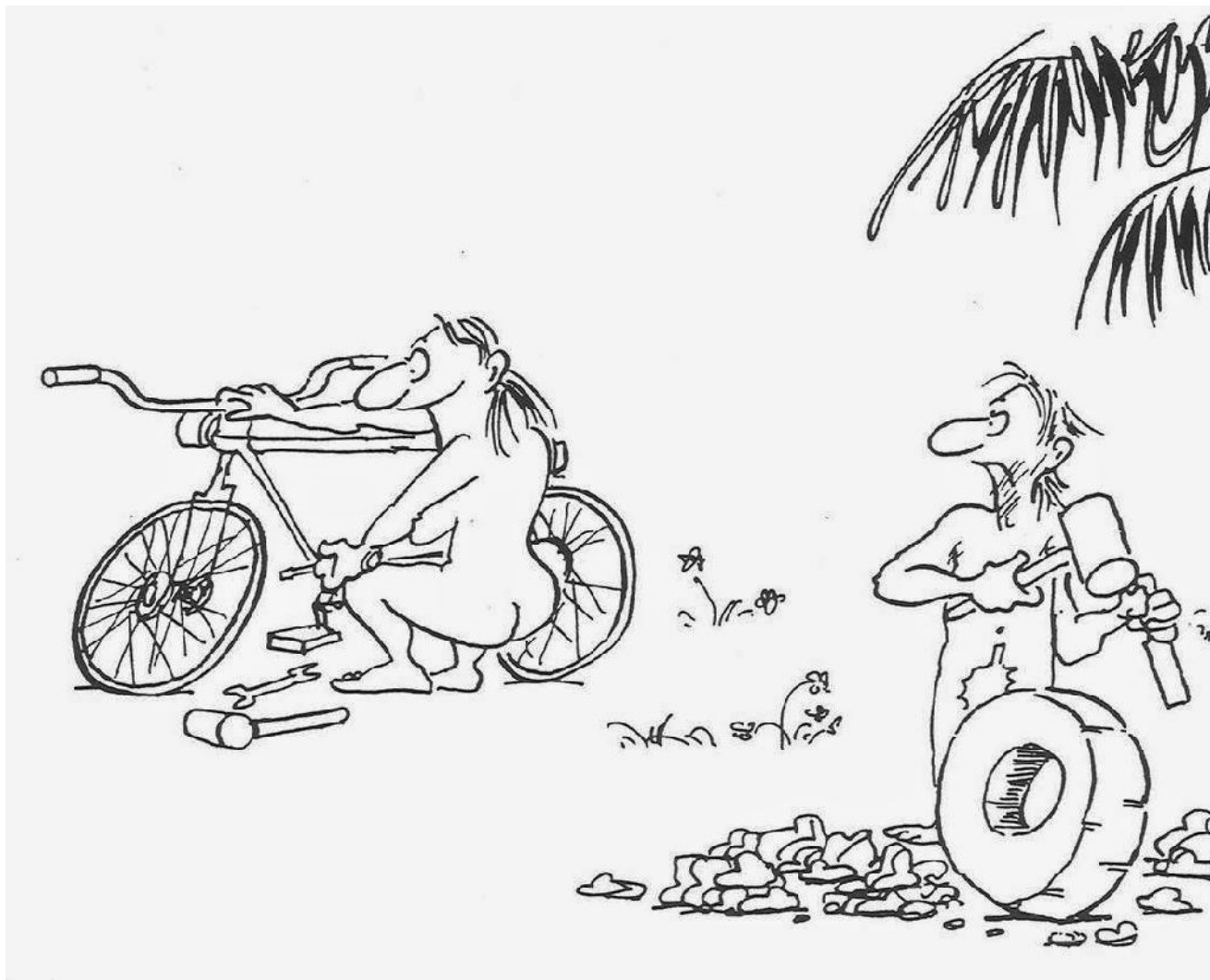


Colaborar é preciso!!!



Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto

AS VERDADES DA ANÁLISE QUÍMICA





Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto

AMOSTRAGEM

“Arte de selecionar amostra representativa”
(Inferências)

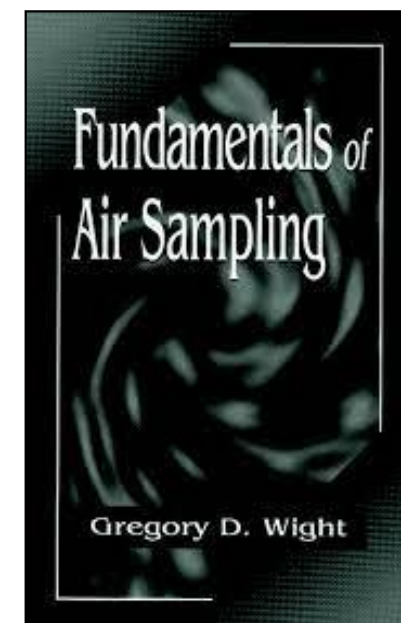
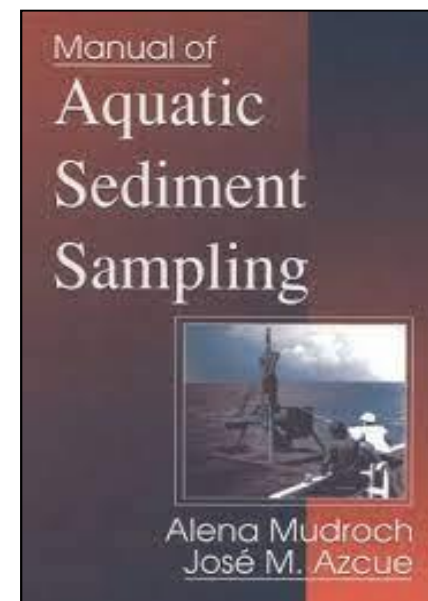
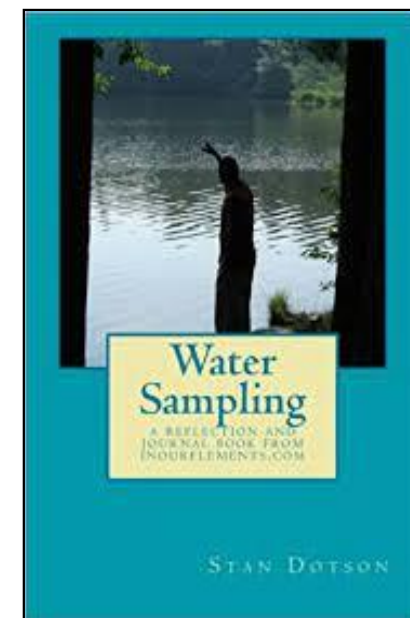
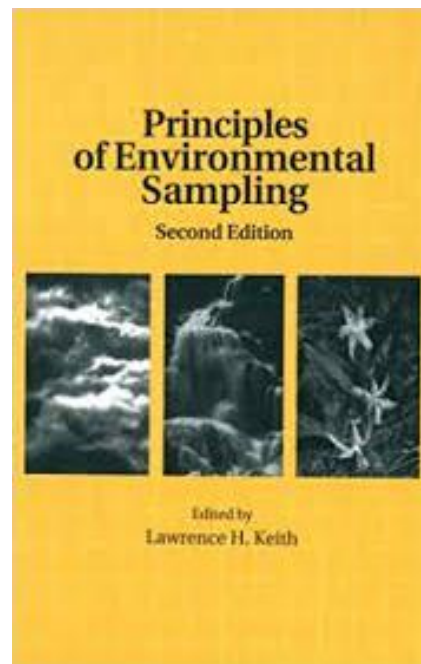


Não é necessário comer o bolo todo para ver se é bom



Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto

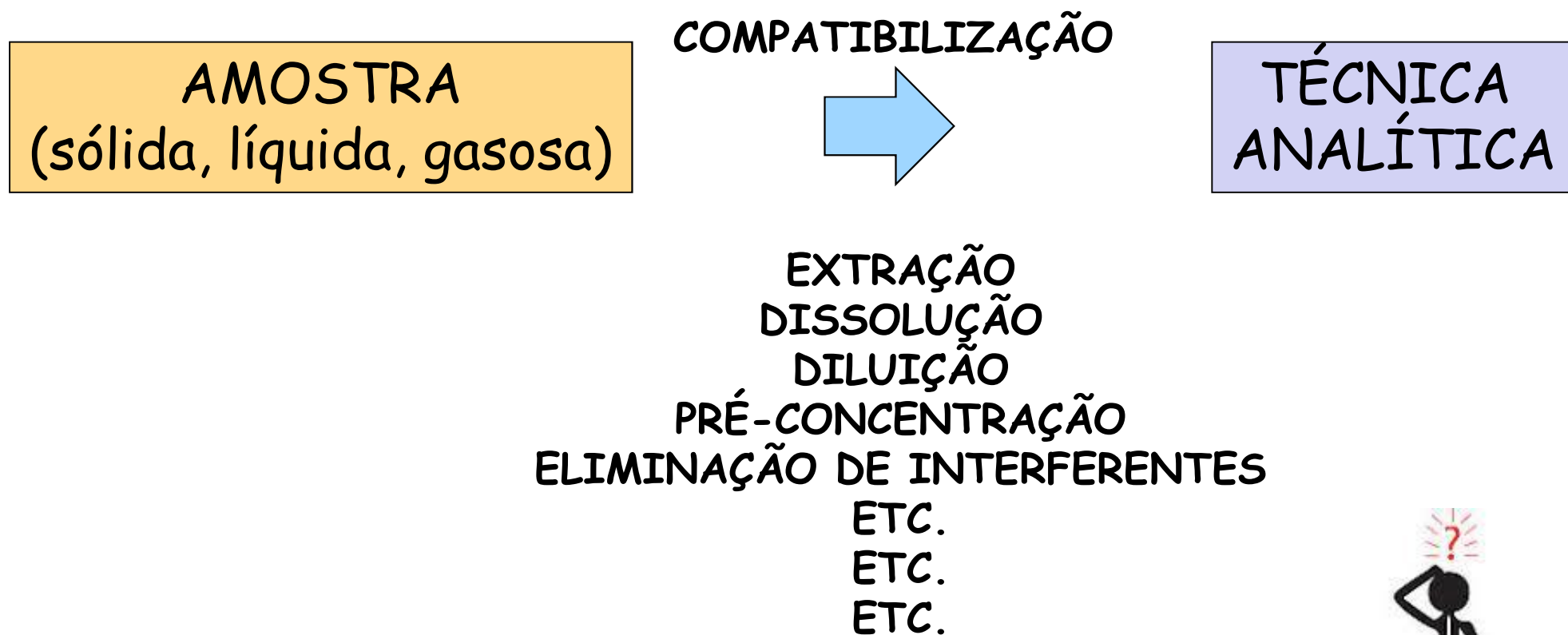
AMOSTRAGEM





Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto

PREPARO DA AMOSTRA

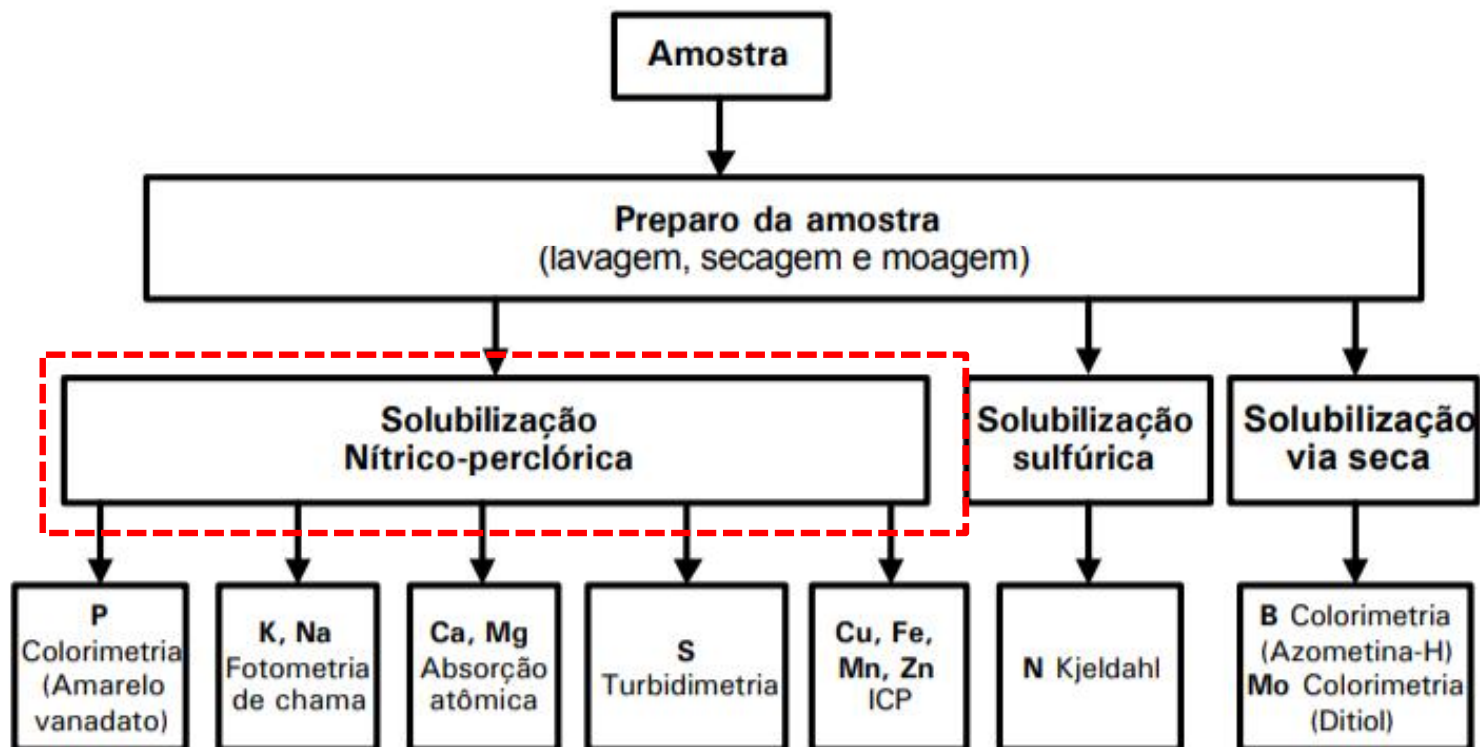




Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto

PREPARO DA AMOSTRA

MÉTODOS DE ANÁLISE DE TECIDOS VEGETAIS UTILIZADOS NA EMBRAPA SOLOS





PREPARO DA AMOSTRA

SOLUBILIZAÇÃO NÍTRICO/PERCLÓRICA

- Transferir 500 mg de material vegetal seco e moído para tubo digestor;
-
- Adicionar 4,0mL de ácido nítrico; • deixar em repouso por aproximadamente 12 horas (digestão prévia); •
- Aquecer gradativamente até 120°C; • permanecer nesta temperatura até cessar totalmente o desprendimento de NO_2 (vapor castanho).
- Adicionar 2,0mL de ácido perclórico; • aumentar a temperatura gradativamente para 180°C; • manter a temperatura até se obter fumos brancos de HClO_4 e o extrato se apresentar incolor; •
- Esfriar; • completar o volume para 25mL com água ultra pura.



Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto

PREPARO DA AMOSTRA

❖ Não existem técnicas analíticas instrumentais completamente livres de interferência. Em função deste fato, o conceito de especificidade é utópico.

❖ Não existem técnicas analíticas instrumentais que apresentem uma sensibilidade ilimitada. Em função deste fato, a determinação de concentrações muito baixas usualmente representa um desafio, o qual muitas vezes só pode ser contornado recorrendo-se ao uso de técnicas de pré-concentração centenárias.





Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto

CONSELHOS PRELIMINARES

“Um método pode ser definido como uma série de regras para tentar resolver um problema. No caso do método científico, estas regras são bem gerais. Não são infalíveis e não suprem o apelo à imaginação e à intuição do cientista”

Fernando Gewandsznajder
(O método nas ciências naturais e sociais).



Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto

CALIBRAÇÃO E ANÁLISE

Sinais obtidos por equipamentos e instrumentos devem ser calibrados para evitar erros nas medidas.

De acordo com o INMETRO, calibração é o conjunto de operações que estabelece, sob condições especificadas, a relação entre os valores indicados por um instrumento de medição ou sistemas de medição ou valores representados por uma medida materializada ou material de referência, e os valores correspondentes das grandezas estabelecidas por padrões.

Calibração em Química Analítica é a operação que determina a relação funcional entre valores medidos (usualmente por um sistema instrumental de análise) e grandezas analíticas que caracterizam uma espécie de interesse contida na amostra (usualmente concentração).



Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto

CALIBRAÇÃO E ANÁLISE

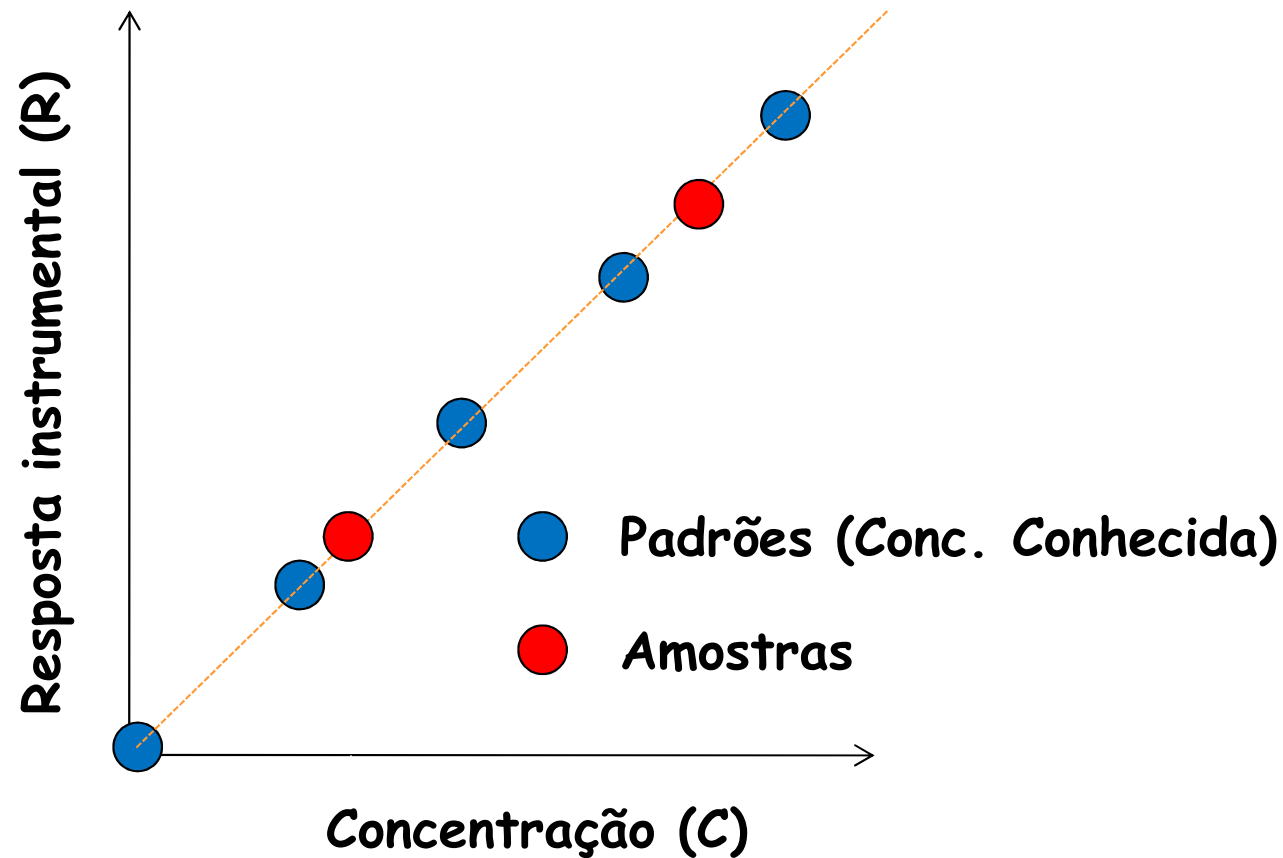




Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto

CALIBRAÇÃO E ANÁLISE

Curva analítica externa



$$R/C = K$$



$$R/K = C$$



Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto

AVALIAÇÃO DOS RESULTADOS

TRATAMENTO DE DADOS ANALÍTICOS

“Disso resulta que é mais freqüente recolherem-se informações sobre as coisas desconhecidas que dedicar-se atenção às já conhecidas”

Francis Bacon

(Aforismos sobre a interpretação
da natureza e o reino do homem)



Patricio Peralta-Zamora
Noemi Nagata
Dênio Souto

TRATAMENTO DE DADOS ANALÍTICOS

Algarismos significativos

Exatidão (Erros)

Precisão (Desvios)

Repetibilidade

Reprodutibilidade

Distribuição normal

Rejeição de resultados (Teste Q)

Comparação de médias (Teste t)

Comparação de precisões (Teste F)

Expressão de resultados

