

## Química Analítica Avançada II: Preparo de Amostras e Validação Analítica

**Código:** PQ410

**Pré-requisitos:**  
**Co-requisito:**

**Horas Aulas/Semana:** PRÁTICA: 00      TEÓRICA: 04

**Créditos:** 04

**Responsáveis:** Alam Gustavo Trovó; Nívia Maria Melo Coelho e Waldomiro Borges Neto

**Objetivos:** Apresentar a sistemática de amostragem e preparo de amostras de acordo com as normas ABNT, *Standard Methods* e avanços recentes visando à determinação de espécies químicas em diferentes matrizes, enfocando as limitações e vantagens de cada método. Trata também de conceitos fundamentais para a validação de metodologias analíticas visando uma maior confiabilidade na análise, quesito este indispensável em um Programa da Qualidade em Laboratórios.

**Ementa:** seqüência analítica; amostragem; pré-tratamento de amostras; métodos clássicos de preparo de amostras; métodos modernos de preparo de amostras; preparo de amostras para especiação química; tendências atuais para o preparo de amostras; Sistema de Qualidade; validação; conceitos e cálculos estatísticos; incerteza e erros; critérios de validação; parâmetros de validação; protocolos de validação.

### Programa:

#### 1. Sequência analítica

1.1. Definição do problema, escolha do método, amostragem, preparo de amostra, processos de separação, medida, calibração, avaliação e ação, validação do método

#### 2. Amostragem

- 2.1. Tipos de amostragem para amostras gasosas, sólidas e aquosas
- 2.1. Erros e tratamentos de dados aplicados à amostragem

#### 3. Pré-tratamento de amostras

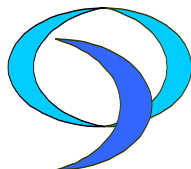
- 2.1. Secagem, moagem, filtração, armazenamento, etc

#### 4. Métodos clássicos de preparo de amostras

- 4.1. Decomposição de amostras por via seca e por via úmida
- 4.2. Fontes de erros no preparo de amostras

#### 5. Métodos modernos de preparo de amostras

- 5.1. Decomposição de amostras por fornos de microondas



5.2. Sistemas de alta pressão, análise direta e suspensões; extração assistida por ultra-som, decomposição assistida por radiação ultravioleta.

## **6. Preparo de amostras para especiação química**

6.1. Definição de especiação química e diferentes estratégias para preparo de amostras visando à especiação química

## **7. Tendências atuais para o preparo de amostras**

7.1. Miniaturização, mecanização e química verde

## **8. Introdução à Validação Analítica e ao Sistema de Qualidade**

## **9. Conceitos e cálculos estatísticos aplicados em validação**

## **10. Incerteza de Resultados e Traçabilidade**

## **11. Erros e Intervalo de Confiança**

## **12. Critérios de Validação: USP, ICH, etc.**

## **13. Parâmetros de Validação**

13.1. precisão e exatidão

13.2. linearidade, especificidade e seletividade

13.3. limites de detecção e quantificação

13.4. robustez

13.5. testes interlaboratoriais e intralaboratoriais

## **14. Protocolos de Validação**

### **Bibliografia:**

ARRUDA, M. A. (Ed.). **Trends in Sample Preparation**. Nova York: Nova Science Publishers, 2007.

Artigos da literatura serão indicados no decorrer da disciplina.

Association of Official Analytical Chemists - AOAC 15 ed. **Official Methods of Analysis**. Virginia, 1990.

HARRIS, D.C. **Análise Química Quantitativa**. Rio de Janeiro: LTC, 2008. 7ª edição.

KRUG, F.J. (Ed.). **Métodos de preparo de amostras - fundamentos sobre preparo de amostras orgânicas e inorgânicas para análise elementar**. Piracicaba, 2008.

LEITE, F. **Amostragem fora e dentro do laboratório**. Campinas: Átomo, 2005.

ROCHA, J. C.; ROSA, A. H.; CARDOSO, A. A. **Introdução à Química Ambiental**. Porto Alegre: Bookman, 2004.

SKOOG, D. A.; WEST, D. M.; HOLLER, F. J.; CROUCH, S. R. **Fundamentos de Química Analítica**. São Paulo: Cengage Learning, 2008. 8ª edição.

LEITE, F. **Validação em Análise Química**. Campinas: Átomo, 2008. 4ª edição.

INMETRO DOQ-CGCRE-008. **Orientações sobre validação de métodos de ensaios químicos**. Revisão 03/Fev. 2010, Rio de Janeiro, 2010.