

Unidade: 3

Aula: 1

# Roteiro Aula Prática



ANÁLISE INSTRUMENTAL APLICADA À FARMACIA

# ROTEIRO DE AULA PRÁTICA

**NOME DA DISCIPLINA:** ANÁLISE INSTRUMENTAL APLICADA À FARMÁCIA

**Unidade:** Métodos espectroscópicos

**Aula:** Espectroscopia de absorção molecular no ultravioleta e visível

## OBJETIVOS

### Definição dos objetivos da aula prática:

Esta aula prática possui como objetivos aplicar os métodos de análises instrumentais, assim como conhecer a forma correta de utilização de um espectrofotômetro, aplicar o processo de construção de uma curva de calibração e a realização do cálculo de concentração de uma amostra desconhecida.

## INFRAESTRUTURA

### Instalações – Materiais de consumo – Equipamentos:

#### TECNOLOGIA FARMACÊUTICA E CONTROLE DE QUALIDADE

##### Materiais de consumo:

- BALÃO VOLUMÉTRICO DE 50 ML  
~ 5 unid. 5 alunos
- BALÃO VOLUMÉTRICO 100ML  
~ 1 unid. 5 alunos
- PIPETA GRADUADA 5ML  
~ 2 unid. 5 alunos
- PIPETA GRADUADA 10ML  
~ 2 unid. 5 alunos
- BECKER GRADUADO 100 ML  
~ 3 unid. 5 alunos
- PISSETA COM ÁGUA DESTILADA  
~ 1 unid. 5 alunos
- PAPEL HIGIÊNICO MACIO  
~ 1 rolo. 10 alunos
- PERMANGANATO DE POTÁSSIO  
~ 100g por laboratório
- BASTÃO DE VIDRO (6X300mm)  
~ 1 unid. 5 alunos

- PIPETADOR PIPUMP VERDE ATÉ 10ML  
~ 1 unid. 5 alunos
- ESPÁTULA CHAPA INOX COM COLHER (15cm)  
~ 1 unid. 5 alunos

## **LABORATÓRIO DE INFORMÁTICA**

### **Equipamentos:**

- Desktop Lab Informática  
~ 1 unid. 1 aluno

## **TECNOLOGIA FARMACÊUTICA E CONTROLE DE QUALIDADE**

### **Equipamentos:**

- BALANÇA ELETRÔNICA DE PRECISÃO  
~ 1 unid. por laboratório
- ESPECTROFOTOMETRO DIGITAL VIS  
~ 1 unid. por laboratório
- CUBETA DE VIDRO OU PLÁSTICO  
~ 2 unid. por laboratório

## **EQUIPAMENTO DE PROTEÇÃO INDIVIDUAL (EPI)**

### **DESCRIÇÃO OS EPIs NECESSÁRIOS PARA A REALIZAÇÃO DA AULA PRÁTICA**

Os alunos devem obrigatoriamente utilizar jaleco de mangas longas, óculos de proteção, calças compridas, calçado fechado onde nenhuma parte do pé fique exposta e cabelo preso. Recomenda-se que os alunos usem luvas descartáveis. Determinados procedimentos com a liberação de vapores tóxicos devem ser realizados em capela de exaustão de gases. Para a utilização do laboratório de informática não há necessidade de EPI's.

## **PROCEDIMENTOS PRÁTICOS**

### **Procedimento/Atividade nº 1 (Físico)**

#### **Atividade proposta:**

Preparo dos padrões de permanganato de potássio

#### **Procedimentos para a realização da atividade:**

- Preparar inicialmente uma solução estoque de permanganato de potássio na concentração de 0,05 mol/L;
- Pesar a quantidade necessária de permanganato de potássio em balança analítica, transferir para um béquer de 100mL e dissolver com uma pequena fração de água (aproximadamente 50mL), após dissolução do sal, transferir quantitativamente para o balão volumétrico de 100mL, completar o volume com água destilada e homogeneizar a solução;
- Preparar um conjunto de cinco padrões de permanganato de potássio em por diluição da solução estoque de permanganato de potássio;
- Preparar 5 padrões por diluição na proporção de 2:50, 5:50, 10:50, 15:50 e 20:50, usando água destilada como solvente;
- Exemplo: Solução padrão 2:50 – Pipetar 2mL da solução estoque de permanganato de potássio e transferir para um balão volumétrico de 50mL. Na sequência, completar o volume com água destilada;
- Nomear corretamente as soluções para construção da curva de calibração;
- Determinar a concentração das soluções preparadas.

#### **Checklist:**

- Preparar a solução com o máximo de rigor analítico possível, para que as concentrações fiquem próximas as estipuladas;
- Realizar as diluições observando corretamente os volumes selecionados;
- Nomear corretamente as soluções;
- Realizar os cálculos necessários para determinação da quantidade de permanganato de potássio a ser pesado para o preparo de 100mL de uma solução na concentração de 0,05 mol/L;
- Após a pesagem do permanganato de potássio, caso necessário, corrigir a concentração da solução a ser preparada em relação a massa pesada;
- Após o preparo das soluções, determinar as concentrações dos padrões em mol/L.

#### **Procedimento/Atividade nº 2 (Físico)**

##### **Atividade proposta:**

Leitura dos padrões e amostra

##### **Procedimentos para a realização da atividade:**

- Preparar uma solução de permanganato de potássio, por diluição da solução estoque, que esteja dentro da faixa de concentração dos padrões preparados (nomeá-la como solução com concentração desconhecida);

- No espectrofotômetro Visível, selecionar o comprimento de onda de 520nm para realização das leituras (comprimento de máxima absorção para o permanganato de potássio);
- Zerar o equipamento com água destilada, completar a cubeta com água destilada, observando que não há presença de bolhas;
- Ajustar o zero do equipamento com água destilada (0% de absorbância ou 100% de transmitância);
- Em seguida, enxaguar a cubeta com a solução a ser realizada a leitura, realizar a leitura em triplicata (descartar a solução entre uma leitura e outra);
- Começar pela solução com concentração mais baixa e seguir as leituras conforme as concentrações forem aumentando, todas em triplicata;
- Finalizando a leitura dos padrões, construir a curva de calibração pelo método dos mínimos quadrados, obter a curva analítica e o coeficiente de determinação da curva – utilizar computador com uma planilha eletrônica, como o EXCEL;
- Após a construção da curva, realizar a leitura da amostra nomeada como solução com concentração desconhecida;
- Pela curva analítica obtida, calcular a concentração da amostra preparada.

#### **Checklist:**

- Apresentar o POP do espectrofotômetro utilizado;
- Ajustar o comprimento de onda do espectrofotômetro de acordo com o POP do instrumento;
- Verificar o procedimento necessário para zerar o instrumento através do POP;
- Observar a posição correta das cubetas no equipamento;
- Observar se a cubeta utilizada não apresenta riscos;
- Utilizar papel higiênico macio para secar as paredes da cubeta;
- Utilizar cubetas que apresentam o mesmo comprimento de caminho óptico;
- Observar se os padrões e amostras na cubeta estão isentas de bolhas;
- Realizar as leituras determinando a transmitância (ou porcentagem de transmitância) e converter o resultado obtido para absorbância;
- Com auxílio de um computador e uma planilha eletrônica, plotar os resultados obtidos e obter a equação da reta; Plotar a concentração (eixo x) versus o sinal obtido pelo equipamento convertido em absorbância (eixo y);
- Com a equação da reta, determinar a concentração da amostra analisada.

## **RESULTADOS**

### **Resultados de Aprendizagem:**

Ao final dessa aula, o aluno será capaz de aplicar metodologias analíticas para resolução de problemas de ordem prática. O aluno será capaz de utilizar o espectrofômetro de absorção molecular na região do visível, realizando os procedimentos de ajuste do zero, leitura de amostras, construção de curva de calibração e determinação da concentração de uma amostra. É importante que se compreenda a técnica utilizada para obtenção da curva de calibração e concentração.