



rede
e-Tec
Brasil

Química III

Alessandro Ribeiro de Sousa

Orlene Silva da Costa



INSTITUTO FEDERAL DE
EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA
GOIÁS
Campus Inhumas

Inhumas - GO
2012

Presidência da República Federativa do Brasil

Ministério da Educação

Secretaria de Educação Profissional e Tecnológica

© Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Goiás
Este caderno foi elaborado em parceria entre o Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Goiás/IFG-Inhumas e a Universidade Federal de Santa Maria para o Sistema Escola Técnica Aberta do Brasil – Rede e-Tec Brasil.

Equipe de Elaboração – Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Goiás/IFG-Inhumas

Reitor

Paulo César Pereira/IFG-Inhumas

Direção Geral

Cleiton José da Silva/IFG-Inhumas

Coordenação Institucional

Daniel Aldo Soares/IFG-Inhumas

Coordenação de Curso

Rodrigo Cândido Borges/IFG-Inhumas

Professor-autor

Alessandro Ribeiro de Sousa/IFG-Inhumas

Orlene Silva da Costa/IFG-Inhumas

Equipe Técnica

Renata Luiza da Costa/IFG-Inhumas

Shirley Carmem da Silva/IFG-Inhumas

Viviane Margarida Gomes/IFG-Inhumas

**Comissão de Acompanhamento e Validação
Colégio Técnico Industrial de Santa Maria/CTISM**

Coordenação Institucional

Paulo Roberto Colusso/CTISM

Coordenação Técnica

Iza Neuza Teixeira Bohrer/CTISM

Coordenação de Design

Erika Goellner/CTISM

Revisão Pedagógica

Andressa Rosemárie de Menezes Costa/CTISM

Francine Netto Martins Tadielo/CTISM

Marcia Migliore Freo/CTISM

Revisão Textual

Eduardo Lehnhart Vargas/CTISM

Lourdes Maria Grotto de Moura/CTISM

Vera Maria Oliveira/CTISM

Revisão Técnica

Viviane Sebalhos Dalmolin/CTISM

Ilustração

Cássio Fernandes Lemos/CTISM

Marcel Santos Jacques/CTISM

Rafael Cavalli Viapiana/CTISM

Ricardo Antunes Machado/CTISM

Diagramação

Gabriel La Rocca Cóser/CTISM

Leandro Felipe Aguiar Freitas/CTISM

Ficha catalográfica elaborada por Maria Aparecida Rodrigues de Souza CRB 1/1497 e Maria Aparecida Castro CRB 1/2599 – bibliotecárias – IFG Campus Inhumas

S725q **Sousa, Alessandro Ribeiro de**
Química III / Alessandro Ribeiro de Sousa; Orlene Silva da Costa.
– Inhumas: IFG; Santa Maria: Universidade Federal de Santa
Maria, 2011.
121 p. : il.
Bibliografia.

Caderno elaborado em parceria entre o Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Goiás/IFG-Inhumas e a Universidade Federal de Santa Maria para o Sistema Escola Técnica Aberta do Brasil – e-Tec Brasil.

1. Química. 2. Costa, Orlene Silva da. I. Título.

CDD 540

Apresentação e-Tec Brasil

Prezado estudante,

Bem-vindo ao e-Tec Brasil!

Você faz parte de uma rede nacional pública de ensino, a Escola Técnica Aberta do Brasil, instituída pelo Decreto nº 6.301, de 12 de dezembro 2007, com o objetivo de democratizar o acesso ao ensino técnico público, na modalidade a distância. O programa é resultado de uma parceria entre o Ministério da Educação, por meio das Secretarias de Educação a Distância (SEED) e de Educação Profissional e Tecnológica (SETEC), as universidades e escolas técnicas estaduais e federais.

A educação a distância no nosso país, de dimensões continentais e grande diversidade regional e cultural, longe de distanciar, aproxima as pessoas ao garantir acesso à educação de qualidade e ao promover o fortalecimento da formação de jovens moradores de regiões distantes dos grandes centros geograficamente ou economicamente.

O e-Tec Brasil leva os cursos técnicos a locais distantes das instituições de ensino e para a periferia das grandes cidades, incentivando os jovens a concluir o ensino médio. Os cursos são ofertados pelas instituições públicas de ensino, e o atendimento ao estudante é realizado em escolas-polo integrantes das redes públicas municipais e estaduais.

O Ministério da Educação, as instituições públicas de ensino técnico, seus servidores técnicos e professores acreditam que uma educação profissional qualificada – integradora do ensino médio e educação técnica, – é capaz de promover o cidadão com capacidades para produzir, mas também com autonomia diante das diferentes dimensões da realidade: cultural, social, familiar, esportiva, política e ética.

Nós acreditamos em você!

Desejamos sucesso na sua formação profissional!

Ministério da Educação
Janeiro de 2010

Nosso contato
etecbrasil@mec.gov.br



Indicação de ícones

Os ícones são elementos gráficos utilizados para ampliar as formas de linguagem e facilitar a organização e a leitura hipertextual.



Atenção: indica pontos de maior relevância no texto.



Saiba mais: oferece novas informações que enriquecem o assunto ou “curiosidades” e notícias recentes relacionadas ao tema estudado.



Glossário: indica a definição de um termo, palavra ou expressão utilizada no texto.



Mídias integradas: sempre que se desejar que os estudantes desenvolvam atividades empregando diferentes mídias: vídeos, filmes, jornais, ambiente AVEA e outras.



Atividades de aprendizagem: apresenta atividades em diferentes níveis de aprendizagem para que o estudante possa realizá-las e conferir o seu domínio do tema estudado.



Sumário

Palavra do professor-autor	9
Apresentação da disciplina	11
Projeto instrucional	13
Aula 1 – Elementos de estatística	15
1.1 A estatística como uma ferramenta da química.....	15
1.2 Medidas e unidades no SI.....	16
1.3 Erros experimentais.....	20
1.4 Distribuição Gaussiana.....	31
1.5 Intervalos de confiança e o teste t de Student.....	33
1.6 Média aritmética e média ponderada.....	37
1.7 Desvio padrão.....	39
1.8 Teste Q.....	40
Aula 2 – Certificados de calibração	45
2.1 Porque há necessidade de certificação de qualidade?.....	45
2.2 Certificação de calibração.....	46
2.3 Certificação de qualidade e estatística: interdisciplinaridade.....	48
2.4 Fundamentos de certificação de qualidade.....	48
2.5 Validação de método.....	50
2.6 Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração – ABNT NBR 17025:2005.....	55
Aula 3 – Equipamentos e operações unitárias em laboratório	63
3.1 Principais elementos de um manual de equipamento.....	63
3.2 O caderno de laboratório.....	64
3.3 Principais equipamentos de um laboratório e princípios de funcionamento.....	66
3.4 Calibração de vidraria volumétrica.....	92
3.5 Principais operações unitárias em laboratório: conceitos.....	94

Aula 4 – Relatórios de controle de processos	105
4.1 Relatórios.....	105
4.2 Fluxogramas de produção e <i>layout</i> de processo.....	105
4.3 Procedimento Operacional Padrão (POP).....	106
4.4 Documentos técnicos.....	110
Referências	119
Currículo do professor-autor	121

Palavra do professor-autor

A disciplina de Química III tem por objetivo dar ao estudante habilidades para interpretar certificados de calibração de equipamentos, elaborar e interpretar relatórios de controle de processos, executar balanços de massa e hídrico para controle de parâmetros de operação de águas industriais, promover o uso adequado de equipamentos de laboratório mediante a interpretação e execução de procedimentos operacionais padrões, com base em manuais de equipamentos.

Para isso, o estudante deve estar familiarizado com determinadas linguagens na área das ciências exatas como da estatística, da matemática das probabilidades, da química básica, da química analítica básica dentre outros assuntos. Essa apostila foi elaborada de modo a dar uma base sólida ao estudante desses assuntos, para que no final do curso ele seja capaz de dominar não só os conteúdos específicos da disciplina como ter capacidade de entrar em mundos diferentes do da Química III, para se tornar um profissional multidisciplinar.

Obviamente, ao final desta disciplina de Química III não pretendemos cobrir a vasta extensão de conhecimentos que esses assuntos abrangem, mas formar uma base sólida e versátil o suficiente para que o estudante adquira habilidades e competências que lhe darão autossuficiência no que diz respeito a tomadas de decisão e domínio de métodos de processamento e certificação de qualidade nas competências a que a disciplina se destina. Este material foi trabalhado de modo a servir de consulta de cabeceira. Todo assunto que exija mais aprofundamento pode e deve ser consultado em outras obras de referência. Desse modo o estudante vai adquirindo, ao longo da disciplina, autossuficiência acadêmica, objetivo primordial desta disciplina de Química III.

Aos professores recomendamos a adoção de uma prática versátil e paralela em que não só esta obra seja utilizada como referência, como também material digital como: bibliotecas virtuais, internet, bibliotecas tradicionais e tudo o mais que estiver disponível e ao alcance do estudante.

Finalmente desejamos que todos os que utilizam este material alcancem seu objetivo maior, que é também o nosso objetivo: a construção do conhecimento.

Alessandro Ribeiro de Sousa
Orlene Silva da Costa

Apresentação da disciplina

Para atingir os objetivos dessa matéria a apostila foi dividida em quatro segmentos diferentes, porém interligados:

Aula 1 – Elementos de estatística – esta parte é destinada a dar ao estudante conhecimentos sólidos, mas condensados para que os capítulos subsequentes não sofram com qualquer defasagem em relação ao domínio deste conteúdo. Os autores acharam necessária essa aula introdutória aos elementos de estatística, pois é inviável trabalhar com controle de processos e certificação de calibração sem base em tópicos importantes da estatística como: desvio padrão, intervalos de confiança, teste Q, teste t de Student, Algarismos significativos, tipos de erros em química, distribuição Gaussiana dentre outros tantos assuntos de igual importância. A base sólida em elementos de estatística é o passo inicial para assuntos a serem tratados posteriormente. Para o estudo deste tópico é necessário domínio em matemática básica e química básica para que os estudos fluam sem problemas. Caso isso ocorra é necessário uma revisão rápida nesses conteúdos para evitar dificuldades no entendimento da aula. Os autores recomendam o uso de uma boa calculadora científica para a execução dos cálculos. É recomendável também um caderno de anotações.

Aula 2 – Certificados de calibração – esta aula foi dividida em duas etapas, (1) certificação de qualidade e calibração, (2) requisitos gerais para competência de laboratórios e validação de métodos. A necessidade de duas etapas para certificação de calibração é fundamental. Por que essa necessidade? É impossível pensar em certificação de calibração sem pensar primeiramente em certificação de qualidade. Por consequência, é impossível não pensar primeiramente em requisitos para competência de laboratórios de ensaio e calibração. Para a segunda etapa deste capítulo uma parte do texto foi reservada para exposição da Norma Brasileira NBR 17025 de 2005, que discorre sobre normas elaboradas pela Associação Brasileira de Normas Técnicas, a ABNT. Dessa forma o aluno adquire habilidades para interpretação e execução não só de certificados de calibração como também de certificação de qualidade.

Aula 3 – Equipamentos e operações unitárias em laboratório – nesta aula são incluídos os principais equipamentos de um laboratório, seus princípios de funcionamento e sua análise descritiva, de modo que o estudante possa identificar elementos de um equipamento, bem como seu princípio de funcionamento. Incluem-se também alguns princípios básicos de operações unitárias mais relevantes em laboratório e na indústria. Tópicos foram fundidos ao longo do capítulo sobre balanço de massa e balanço de energia.

Aula 4 – Relatórios de controle de processos – o aluno deve ser capaz de identificar os principais equipamentos de processo e laboratório, ter habilidade na interpretação e execução de análises estatísticas. Seus conhecimentos em validação de métodos e ensaios de calibração e qualidade devem estar sólidos o suficiente para o final da disciplina de Química III. O aluno deve executar e interpretar fluxogramas de produção e análises rotineiras; deve interpretar e executar os POP's (procedimento operacional padrão) interpretar e executar relatórios técnicos e interpretar laudos periciais de validação de métodos e laudos periciais de qualidade de matéria-prima e produto acabado.

Goiânia, maio de 2011.
Alessandro Ribeiro de Sousa
Orlene Silva da Costa

Projeto instrucional

Disciplina: Química III (carga horária: 60h).

Ementa: Elementos de estatística. Certificados de calibração. Equipamentos e operações unitárias em laboratório. Relatórios de controle de processos.

AULA	OBJETIVOS DE APRENDIZAGEM	MATERIAIS	CARGA HORÁRIA (horas)
1. Elementos de estatística	Rever conceitos de Estatística aplicada à Química. Usar a estatística como ferramenta para interpretação de certificados de calibração de equipamentos. Aliar os conceitos da estatística ao controle de processos em laboratório e na indústria. Aliar os conceitos da estatística à certificação e calibração de equipamentos, vidrarias e processos. Conhecer os principais conceitos da Estatística Descritiva. Fazer uso de ferramentas eletrônicas como as planilhas eletrônicas, as calculadoras e outras.	Ambiente virtual: plataforma <i>moodle</i> . Apostila didática. Recursos de apoio: <i>links</i> , exercícios.	10
2. Certificados de calibração	Conhecer os processos e normas de certificação de qualidade e calibração de materiais, vidrarias e equipamentos. Conhecer os requisitos gerais para competência de laboratórios e validação de métodos.	Ambiente virtual: plataforma <i>moodle</i> . Apostila didática. Recursos de apoio: <i>links</i> , exercícios.	15
3. Equipamentos e operações unitárias em laboratório	Conhecer e interpretar manuais de equipamentos. Reconhecer e dominar o funcionamento dos principais equipamentos de um laboratório de química. Conhecer os fundamentos das principais operações unitárias em laboratórios e em indústria. Conhecer aplicações básicas de transferência de massa, calor e movimento.	Ambiente virtual: plataforma <i>moodle</i> . Apostila didática. Recursos de apoio: <i>links</i> , exercícios.	20

AULA	OBJETIVOS DE APRENDIZAGEM	MATERIAIS	CARGA HORÁRIA (horas)
4. Relatórios de controle de processos	<p>Executar e interpretar fluxogramas e <i>layout</i> de processos e de análises rotineiras.</p> <p>Interpretar e executar POP's (Procedimento Operacional Padrão).</p> <p>Interpretar e executar relatórios técnicos e laudos periciais.</p>	<p>Ambiente virtual: plataforma <i>moodle</i>.</p> <p>Apostila didática.</p> <p>Recursos de apoio: <i>links</i>, exercícios.</p>	10

Aula 1 – Elementos de estatística

Objetivos

Rever conceitos de Estatística aplicada à Química.

Usar a estatística como ferramenta para interpretação de certificados de calibração de equipamentos.

Aliar os conceitos da estatística ao controle de processos em laboratório e na indústria.

Aliar os conceitos da estatística à certificação e calibração de equipamentos, vidrarias e processos.

Conhecer os principais conceitos da Estatística Descritiva.

Fazer uso de ferramentas eletrônicas como as planilhas eletrônicas, as calculadoras e outras.

1.1 A estatística como uma ferramenta da química

Imagine você e seu chefe em uma reunião em que ambos têm que decidir qual o melhor método de validação, e para validá-lo qual a melhor maneira ou equipamento a utilizar. Obviamente não é possível imaginar a validação de um método ou a escolha da melhor metodologia, sem se pensar nos melhores e/ou mais adequados equipamentos a serem utilizados.

A estatística é uma ferramenta de fundamental importância para escolher o melhor método de validação e os melhores equipamentos a serem utilizados. A escolha do melhor método deve seguir três requisitos básicos: (1) o custo, (2) o prazo e (3) a eficiência. Precisão e exatidão são indispensáveis para o processo decisório. Os itens subseqüentes tratarão dos aspectos da estatística que serão úteis no trabalho com a química de controle de qualidade, química analítica e validação em análise química.

1.2 Medidas e unidades no SI

Os cientistas do séc. XVII utilizavam vários sistemas de medidas em várias partes do mundo. Muitas vezes essas medidas eram baseadas em alguma parte do corpo de alguma personalidade importante da época. Por exemplo, a polegada podia ser a medida equivalente ao tamanho do polegar do rei da Inglaterra, a medida em pés na Inglaterra era diferente da medida em pés nos Estados Unidos.

Para evitar divergências nos sistemas de unidades e interpretações diferentes nos resultados de um experimento realizado em lugares diferentes do mundo, criou-se o Sistema Internacional de Unidades (SI). Nesse sistema, dois quilômetros de distância na Inglaterra possuem o mesmo valor e o mesmo padrão de medida no Brasil. Graças a essa padronização de unidades, hoje podemos interpretar da mesma forma medidas de um mesmo experimento feito aqui, na China ou no Canadá. O nome Sistema Internacional de Unidades vem do francês *Système International d'Unités*, o que obviamente nos leva à conclusão da origem do sistema de unidades internacional que surgiu na França. A grande vantagem do SI é a de que a partir de unidades fundamentais, podem-se derivar todas as outras unidades.



Figura 1.1: Unidades base do Sistema Internacional de Unidades (SI)

Fonte: http://estacaodoconhecimento.com.br/wp-content/uploads/2010/04/Figura_04.jpg

Os três padrões fundamentais que dão origem às unidades mais comuns em nosso cotidiano são: o comprimento, a massa e o tempo. As unidades para esses padrões são: (1) o metro, (2) o quilograma e (3) o segundo. O Quadro 1.1 traz a grandeza e a definição de cada uma delas e o símbolo da unidade que a representa.

Quadro 1.1: Unidades fundamentais no SI

Grandeza	Unidade (símbolo)	Definição
Comprimento	metro (m)	Um metro é a distância percorrida pela luz no vácuo durante 1/299.792.458 de segundo.
Massa	quilograma (kg)	Um quilograma é a massa do quilograma-padrão guardado em Sèvres, França.
Tempo	segundo (s)	Um segundo é a duração de 9.192.631.770 períodos da radiação correspondente a uma certa transição atômica do ¹³³ Cs.
Corrente elétrica	ampère (A)	Um ampère da corrente produz uma força de 2×10^{-7} Newtons por metro de comprimento, quando mantida entre dois condutores retos e paralelos de comprimento infinito e de seção reta desprezível, separados por um metro no vácuo.
Temperatura	kelvin (K)	A temperatura é definida de modo que o ponto triplo da água seja 273,16 K, e a temperatura do zero absoluto seja 0 K.
Intensidade luminosa	candela (cd)	Candela é a medida de intensidade luminosa, visível ao olho humano.
Quantidade substância	mol (mol)	O mol é o número de partículas igual ao número de átomos em exatamente 0,012 kg de ¹² C (aproximadamente $6,022\ 1415 \times 10^{23}$).
Ângulo plano	radiano (rad)	Um círculo possui 2π radianos.
Ângulo sólido	estereorradiano	Estereorradiano.

Fonte: Harris, 2008, p. 31

O Quadro 1.2 mostra que, apesar de terem símbolos (representações) especiais, essas unidades derivam do SI.

Quadro 1.2: Unidades derivadas do sistema SI com nomes especiais

Grandeza	Unidade (símbolo)	Em termos de unidades fundamentais (SI)
Frequência	hertz (Hz)	1/s
Força	newton (N)	m.kg/s ²
Pressão	pascal (Pa ou N/m ²)	kg/(m.s ²)
Energia, trabalho quantidade de calor	joule (J ou N.m)	m ² .kg/s ²
Potência, fluxo radiante	watt (W ou J/s)	m ² .kg/s ³
Carga elétrica	coulomb	s.A
Potencial elétrico, diferença de potencial, força eletromotriz	volt (V ou W/A)	m ² .kg/(s ³ .A)
Resistência elétrica	ohm (Ω ou V/A)	m ² .kg/(s ³ .A ²)
Capacitância elétrica	farad (F ou C/V)	s ⁴ .A ² /(m ² .kg)

Fonte: Harris, 2008, p. 31

Um artifício matemático criado para simplificação, tanto da escrita quanto do entendimento do significado físico de determinado resultado, foi o uso dos prefixos como multiplicadores. Supondo que se vá calcular determinada concentração de uma solução para análise de um mineral qualquer, você verifica que a concentração do Ácido Clorídrico que deve ser preparada é de 0,0000000002 M (ou mol.L⁻¹). A quantidade de zeros pode comprometer o entendimento da grandeza da concentração dessa solução. Para isso, criaram-se os prefixos. Usando-se o prefixo apropriado essa concentração seria: 0,2 nM (ou nmol.L⁻¹). O Quadro 1.3 traz os prefixos utilizados na linguagem científica corrente. Os prefixos, em sua maioria, são nomeados e numerados em múltiplos de três.

Quadro 1.3: Prefixos utilizados na maioria das áreas científicas e em Química Analítica

Prefixo	Símbolo	Fator
iota	Y	10 ²⁴
zeta	Z	10 ²¹
exa	E	10 ¹⁸
peta	P	10 ¹⁵
tera	T	10 ¹²
giga	G	10 ⁹
mega	M	10 ⁶
kilo	k	10 ³
hecto	h	10 ²
deca	da	10 ¹
deci	d	10 ⁻¹
centi	c	10 ⁻²
mili	m	10 ⁻³
micro	μ	10 ⁻⁶
nano	n	10 ⁻⁹
pico	p	10 ⁻¹²
femto	f	10 ⁻¹⁵
ato	a	10 ⁻¹⁸
zepto	z	10 ⁻²¹
iocto	y	10 ⁻²⁴

Fonte: Harris, 2008, p. 31

Quadro 1.4: Fatores de conversão entre unidades

Grandeza	Unidade	Símbolo	Equivalente no SI
Volume	litro	L	*10 ⁻³ m ³
	mililitro	mL	*10 ⁻⁶ m ³
Comprimento	angstrom	Å	*10 ⁻¹⁰ m
	polegada	in	*0,025 4 m
Massa	libra	lb	*0,453 592 37
	tonelada métrica	t	*1 000 kg
Força	dina	dyn	*10 ⁻⁵ N
Pressão	atmosfera	atm	*101 325 Pa
	torr (= 1 mm Hg)	Torr	133,322 Pa
	libra/in ²	psi	6 894,76 Pa
Energia	erg	erg	*10 ⁻⁷ J
	elétron-volt	eV	1,602 176 53 x 10 ⁻¹⁹ J
	caloria, termoquímica	cal	*4,184 J
	caloria (com C maiúsculo)	Cal	*1 000 cal = 4,184 J
	unidade térmica britânica	Btu	1 055,06 J
Potência	cavalo-vapor	cv	745,700 W
Temperatura	centígrado (Celsius)	°C	*K - 273,15
	fahrenheit	°F	*1,8 (K - 273,15) + 32

(*) indica que a conversão é exata (por definição)

Fonte: Harris, 2008, p. 42

Para comprovar a importância do domínio do SI e de outras unidades, há o caso ocorrido em 1999, quando uma espaçonave enviada para Marte, orçada em 125 milhões de dólares foi perdida na atmosfera marciana quando entrou 100 km abaixo do que o planejado, em Marte. Isso ocorreu porque foi calculado o seu impulso em unidades inglesas, libra-força. Porém, os engenheiros do *Jet Propulsion Laboratory*, pensavam estar recebendo a informação em unidades métricas, newtons. (HARRIS, 2008).

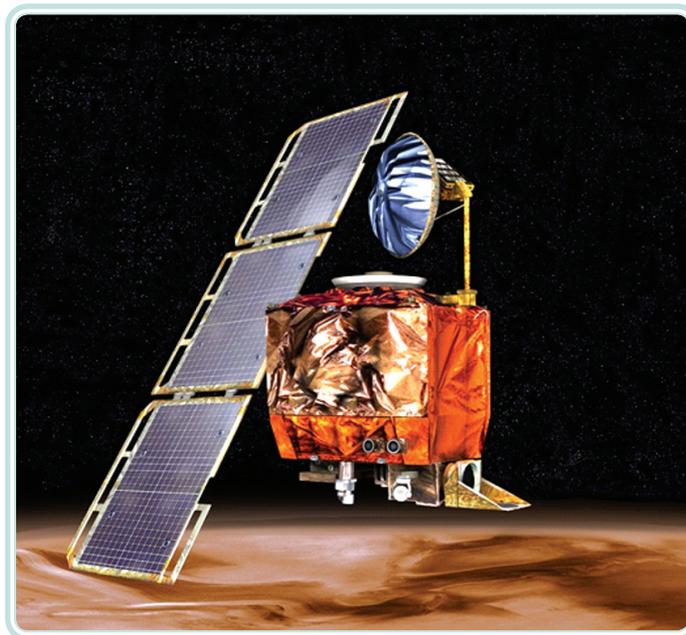


Figura 1.2: A espaçonave Mars Climate Orbiter entrou 100 km mais abaixo na atmosfera de Marte e acabou perdida por um erro na interpretação dos dados recebidos

Fonte: http://www.wired.com/images_blogs/thisdayintech/2010/09/mco_mapping.jpg

A correta verificação do sistema de unidades utilizados e a manipulação desses dados podem economizar ou deixar de desperdiçar muito dinheiro em projetos falhos.

1.3 Erros experimentais

Numa análise química é comum a ocorrência de algum tipo de erro. Obviamente é impossível eliminar todos os tipos de erros. Sempre existe um erro associado a todas as medidas. Alguns são mais óbvios que outros, mais facilmente detectáveis, como num exame de sangue, por exemplo, comprovar-se que um homem não está grávido. Esse tipo de erro também acontece na Química, mas existem outros mais complicados e muitas vezes impossíveis de se determinar.

1.3.1 Algarismos significativos

Para fazer uma análise de teor de ácido acetilsalicílico em um analgésico, pesa-se 2,0000 g de comprimido pulverizado, faz-se a análise química e obtém-se como resultado da titulação ácido/base 20,31 mL de solução padrão. Ao calcular o número de casas decimais, qual será o resultado final? Qual a incerteza relativa deste cálculo? Quantos algarismos significativos devem ser usados no resultado final?

Algarismo significativo é o número mínimo de algarismos necessários para escrever um determinado valor em notação científica sem a perda de exatidão.



Por exemplo, o número 256,58 tem cinco algarismos significativos, pois pode ser escrito assim: $2,5658 \times 10^2$. Pode-se escrever esse mesmo número como $0,000\,000\,256\,58 \times 10^9$ e ainda assim ele continuará tendo 5 algarismos significativos. O número de zeros à esquerda somente indica quantas casas decimais deve ter determinada medida.

O último número de uma medida feita experimentalmente tem sempre uma incerteza associada a ele. Por exemplo, numa leitura feita em um pHmetro, o resultado foi 3,65. O último número (5) é o algarismo duvidoso e, mesmo que o aparelho não flutue em sua medida, ainda assim ele continua sendo duvidoso. Sobre o último número recai a incerteza relativa. Considerando a mesma medida e supondo que o fabricante forneça junto com o aparelho uma ficha de calibração, neste fichário encontramos a informação de que a faixa de variação na medida feita pelo aparelho é de $\pm 0,02$.



Figura 1.3: Leitura feita em um pHmetro de bancada

Fonte: http://www.produtosparalaboratorio.com/wp-content/uploads/2010/10/pHmetro_splabor.jpg

Isso significa que a leitura de 3,65 pode ter sido 3,67 ou 3,63. Se fizéssemos uma nova leitura, e o valor lido fosse 3,67, teríamos acertado. O valor 0,04, em módulo, é o valor da incerteza relativa da medida feita, dado muito importante para conclusões experimentais.

Essa incerteza na medida da última casa decimal, e a existência de uma faixa em que os valores lidos podem se encontrar é comum a todos os aparelhos de medida, independentemente da sofisticação do método utilizado.

Como se determina essa faixa de leitura do aparelho? O fabricante utiliza pesos padrões, volumes padrões, soluções padrões, etc., para fazer várias leituras e para determinar a faixa de leitura do equipamento. O fabricante utiliza padrões aceitos internacionalmente para calibrar a leitura no seu equipamento.

Ao se fabricar uma balança, as indústrias usam pesos padrões, normalmente construídos em aço-liga especial ou platina. Os resultados das medidas são tratados estatisticamente e, desses resultados extraem-se os valores da incerteza relativa, desvio padrão, faixa de leitura do equipamento, etc.

A Tabela 1.1 traz os resultados dos testes de calibração de uma balança analítica.

Tabela 1.1: Resultados estatísticos do teste de uma balança analítica de 4 casas decimais, peso padrão de 20,0000 g, temperatura de 25°C, no vácuo

Ordem	Leitura feita	Dados e comentários sobre a balança
1	20,0001	Balança analítica com 4 casas decimais. O peso padrão possui valor exato de 20,0000 g. O intervalo de confiança mostra que o valor de uma amostra não padrão de 20,0000 g pode estar entre 19,9996 g e 20,0004 g. Tal intervalo de confiança nos dá uma faixa de segurança na medida de 0,0008 g na pesagem de amostras desconhecidas. O valor do desvio padrão multiplicado por 100 nos dá o erro relativo em percentual, que, neste caso, é de 0,0707%. Um erro muito abaixo de 1% indica a excelência da balança analítica.
2	20,0025	
3	20,0003	
4	20,0004	
5	20,0001	
6	20,0002	
7	20,0005	
8	20,0007	
9	20,0003	
10	20,0006	
Desvio padrão	0,0007	
Erro relativo (%)	0,0707	
Intervalo de confiança para 95% dos dados	±0,0004	

Fonte: autores

1.3.1.1 Operações com algarismos significativos

As quatro operações matemáticas básicas são: soma, subtração, divisão e multiplicação. Quando se leva em consideração os algarismos significativos é necessário o uso de determinadas regras para essas operações, para que no final se obtenha uma resposta precisa e condizente com os dados experimentais.

É importante anotar a precisão de cada equipamento que se trabalha. Por exemplo, se você executou uma titulação com uma bureta cujo volume escoado foi de 18 mL com precisão de $\pm 0,1$ mL, então o valor preciso escoado da bureta deve ser de 18,1 ou 17,9 mL. Esse número de casas decimais e algarismos significativos devem ser levados em conta quando se executarem operações de multiplicação, divisão, soma ou subtração com esses dados experimentais.

Outra situação é quando se trabalha num mesmo método analítico com dois equipamentos de precisão diferentes. Por exemplo, depois de se preparar uma amostra, pipeta-se 20,02 mL da solução do analito. Em seguida submete-se amostra a uma análise espectrofotométrica. O espectrofotômetro lhe dá uma resposta de absorvância de 0,126. Ao se executarem os cálculos, a regra diz que devem ser levados em consideração o número de algarismos significativos e casas decimais do equipamento que tiver a menor precisão, nesse caso, a pipeta.

a) Operação de adição e subtração

Ao somar ou subtrair números de mesma quantidade de algarismos significativos, a resposta deve ter o mesmo número de casas decimais que os números envolvidos na operação, por exemplo:

$$\begin{array}{r} 1,236 \times 10^{-4} \\ + 3,752 \times 10^{-4} \\ \hline 4,988 \times 10^{-4} \end{array}$$

Se os números a serem somados ou subtraídos não tiverem o mesmo número de algarismos significativos, a resposta estará limitada ao número que tem o **menor número de algarismos significativos**. Por exemplo, quando se calcula a massa molecular do KrF_2 o criptônio tem 5 algarismos significativos, enquanto o flúor tem 9. Isso significa que a resposta final resultante da somatória das massas individuais deve ter 5 algarismos significativos, veja cálculo a seguir:

$$\begin{array}{r}
 18,998\ 403\ 2 \quad (F) \\
 + 18,998\ 403\ 2 \quad (F) \\
 + 83,798 \quad (Kr) \\
 \hline
 121,794\ 806\ 4 \\
 121,795 \quad (\text{resposta certa})
 \end{array}$$

Note que os quatro últimos números da resposta não são significativos e, portanto, não são levados em consideração. Logo, a resposta certa é 121,795 u.a. O número 4 correspondente ao último algarismo significativo é arredondado para 5. Para regras de arredondamento ver Tabela 1.2.

Tabela 1.2: Exemplos de arredondamento para valores com 5 algarismos significativos

Regra válida	Valor calculado	Valor arredondado
Intervalo maior que a metade do último algarismo significativo, arredonda 1 unidade.	14,503 895	14,504
Intervalo menor que a metade do último algarismo significativo, mantém o último número.	14,503 301	14,503
Intervalo exatamente igual à metade do intervalo, arredonda para o par mais próximo.	14,503 500	14,504
Intervalo maior que a metade do último algarismo significativo, arredonda 1 unidade.	14,504 895	14,505
Intervalo menor que a metade do último algarismo significativo, mantém o número.	14,504 301	14,504
Intervalo exatamente igual à metade do intervalo, arredonda para o par mais próximo.	14,504 500	14,504*

*Neste caso como o número quatro já é um número par, então mantemos o valor 4 como último algarismo significativo
 Fonte: Adaptado de Harris, 2008

b) Operação de multiplicação e divisão

Nesse caso, levamos em consideração no resultado final da operação, o número de algarismos significativos contidos no número com menos algarismos significativos. Vejamos os exemplos a seguir:

$ \begin{array}{r} 3,260 \times 10^{-5} \\ \times 1,78 \\ \hline 5,80 \times 10^{-5} \end{array} $	$ \begin{array}{r} 4,317\ 9 \times 10^{12} \\ \times 3,6 \quad \times 10^{-19} \\ \hline 1,6 \quad \times 10^{-6} \end{array} $	$ \begin{array}{r} 34,60 \\ \div 2,462\ 87 \\ \hline 14,05 \end{array} $
---	--	---

A potência de 10 não influencia nada no número de algarismos significativos que deve ser mantido.

1.3.2 Tipos de erros

Toda medida em química possui alguma incerteza que vem do método, do analista ou do equipamento. A essa incerteza existente nas medidas damos o nome de **Erro Experimental**. As conclusões das medidas podem ter alto ou baixo grau de confiança, mas nunca com completa certeza. Os erros experimentais são classificados como:

- Erros sistemáticos.
- Erros aleatórios.

Veremos a seguir o que são e o que significam cada um destes tipos de erros.

1.3.2.1 Erro sistemático

Quando há uma falha em um equipamento ou uma falha no método analítico temos o chamado **erro determinado**, mais conhecido como erro sistemático. Ao se realizar um experimento com suspeita de **erro sistemático**, novamente o erro é reproduzível. Embora o erro sistemático possa ser descoberto e corrigido, nem sempre essa é uma tarefa fácil.

Como exemplo de erro sistemático, pode-se citar o uso de um turbidímetro. Ao se ler a turbidez de um padrão de turbidez anota-se um valor de 25,00 NTU, mas que na realidade, é 25,04 **NTU**. Ao erro produzido na medida da turbidez de um aparelho que foi padronizado incorretamente, dá-se o nome de erro sistemático, pois para toda a medida que se fizer, o valor estará 0,04 unidades menores do que na realidade.

Para corrigir esse erro deve-se usar um segundo padrão para se verificar o valor do erro sistemático obtido e testar o aparelho. Na realidade, o método nefelométrico de turbidez normalmente utiliza 3 ou mais padrões de concentração conhecida (normalmente mais que 4 padrões), justamente para se evitar esse erro determinado, para que dessa forma, se possa montar uma curva de calibração, mais confiável e segura do ponto de vista da precisão.

1.3.2.2 Erro aleatório

Esse tipo de erro também é chamado de erro indeterminado e resulta dos efeitos de variáveis que não estão controladas nas medidas. O erro aleatório está sempre presente e **não pode ser corrigido**. Um bom exemplo desse tipo de erro é quando uma pessoa lê a escala de uma bureta após uma titu-

A-Z

NTU

Unidades nefelométricas de turbidez. Para conhecer melhor sobre equipamento e método ver metodologia em APHA, AWWA, WEF (1998).

lação. O valor lido por essa pessoa provavelmente não será o mesmo lido por outra pessoa. O mesmo acontece quando se faz a visualização da cor na viragem de uma titulação. A viragem da cor é vista em tempos diferentes por diferentes pessoas, além disso, há a interpretação diferenciada da cor da viragem por cada analista.

Em aulas de laboratórios é comum uma interpretação diferente das cores da viragem de métodos com ponto triplo de viragem ou mesmo numa viragem simples ácido x base. Uma pessoa pode interpretar que a titulação chegou ao fim por julgar que não há mais mudança de coloração da solução com o indicador, enquanto outra pode julgar que a solução ainda muda de cor quando se adiciona o titulante. Esse erro aleatório não pode ser controlado e não há como evitá-lo em função das particularidades da situação.

A seguir estudaremos precisão, exatidão, incertezas absoluta e relativa.

1.3.3 Precisão e exatidão

No tiro ao alvo é comum se dizer que o tiro foi exato. O que é ser exato e preciso nesse caso? E no caso da Química? A seguir veremos as diferenças, particularidades e conceitos de precisão e exatidão.

A **precisão** é uma medida da reprodutibilidade de um resultado e a **exatidão** se refere a quão próximo um valor de uma medida está do valor "real". Para ficar mais claro, suponhamos que se tenha que fazer a medida da concentração do teor de ácido láctico no sangue de um paciente. Faz-se uma amostragem em 10 porções iguais do mesmo paciente e da mesma parte do corpo. Para isso utilizam-se quatro métodos diferentes para medir o mesmo teor de analito e, como resultado, obtém-se os valores contidos na Tabela 1.3.

Tabela 1.3: Resultados obtidos de uma análise de sangue dos teores de ácido láctico, cujo valor esperado era de 1,250 mg.L⁻¹

Amostra	Resultados pelo método A (mg.L ⁻¹)	Resultados pelo método B (mg.L ⁻¹)	Resultados pelo método C (mg.L ⁻¹)	Resultados pelo método D (mg.L ⁻¹)
1	1,250	4,250	4,235	1,300
2	1,251	4,250	5,690	1,250
3	1,251	4,250	6,369	1,250
4	1,252	4,251	8,369	1,300
5	1,250	4,252	4,568	1,400
6	1,250	4,250	2,269	1,200
7	1,250	4,250	4,789	1,210

Amostra	Resultados pelo método A (mg.L ⁻¹)	Resultados pelo método B (mg.L ⁻¹)	Resultados pelo método C (mg.L ⁻¹)	Resultados pelo método D (mg.L ⁻¹)
8	1,250	4,251	3,987	1,200
9	1,251	4,252	0,236	1,220
10	1,252	4,250	1,250	1,230
Desvio padrão	0,0008	0,0008	2,4261	0,0624
Desvio em %	0,0823	0,0843	242,6	6,240
Média	1,251	4,251	4,176	1,256
Intervalo de confiança	±0,0005	±0,0005	±1,504	±0,0624

Fonte: autores

Interpretação dos resultados

- **Método A** – é um método preciso e exato, pois todos os 10 resultados obtidos foram reproduzíveis (preciso) e muito próximos do valor real (exato).
- **Método B** – é um método preciso, mas não exato. É preciso porque os valores foram reproduzíveis, e não é exato porque os valores obtidos nas 10 análises não foram próximos do valor real (valor real = 1,250 mg/L).
- **Método C** – é um método não preciso nem exato. Isso porque os resultados não foram reproduzíveis e porque não foram próximos do valor real.
- **Método D** – é um método razoavelmente exato, mas não preciso. Exato porque os valores foram bem próximos do valor real, porém não foram reproduzíveis, o que não nos dá precisão no método.

1.3.4 Incertezas absoluta e relativa

1.3.4.1 Incerteza absoluta

Quando se faz uma medida, há sempre uma margem de incerteza a ela associada. A essa incerteza dá-se o nome de incerteza absoluta. Logo, ao se fazer uma transferência de volume usando uma pipeta graduada e calibrada, de 20,0 mL na verdade podemos estar transferindo 20,1 ou 19,9 mL. A incerteza absoluta associada a esta transferência é de $\pm 0,1$ mL. A mesma comparação é válida para uma bureta, um erlenmeyer, um béquer, uma proveta e outros vários equipamentos e vidrarias de laboratório.

A incerteza absoluta nos dirá, portanto, o grau de precisão de equipamentos ou vidrarias de laboratório ao qual uma medida é associada em uma leitura.

1.3.4.2 Incerteza relativa

Ao fazermos uma medida com uma bureta teremos um resultado. Supondo que essa medida seja de $14,23 \pm 0,02$ mL, a incerteza relativa é a comparação entre a medida feita e a sua incerteza absoluta; em outras palavras, é a razão entre a incerteza absoluta e a medida feita. Veja Equação 1.1 para ficar mais claro:

Equação 1.1

$$\text{Incerteza relativa} = \frac{\text{Incerteza absoluta}}{\text{Medida perfeita}}$$

Usando o exemplo anterior com base na Equação 1.1 o resultado da incerteza relativa é:

$$\text{Incerteza relativa} = \frac{0,02}{14,23} = 0,0014$$

$$0,0014 \times 100 = \text{Incerteza relativa percentual}$$

$$\text{Incerteza relativa percentual} = 0,14\%$$

1.3.4.3 Propagação da incerteza – erro sistemático

Se cada equipamento e vidraria possui um erro a ele associado como será o resultado final? Considere que, em medidas, da massa molecular dos elementos químicos, há um erro associado às variações isotópicas de cada elemento.

Ao se analisar uma amostra, e usando na ordem que segue os equipamentos para execução do método:

- Balança analítica.
- Balão volumétrico.
- Pipeta volumétrica.
- Bureta.

Em cada equipamento e vidraria utilizados existe um erro sistemático associado à incerteza de cada instrumento. Através de calibrações podemos eliminar os erros sistemáticos, porém ainda restariam os erros aleatórios que não são identificáveis e nem corrigíveis.

Deve-se usar a calibração para mitigação ou eliminação do erro sistemático e melhoria da exatidão do método. A incerteza, quando possível, deve ser descrita como o desvio padrão ou o intervalo de confiança.

É possível mensurar um erro aleatório a partir da estimativa de confiabilidade que um instrumento apresenta ou da experiência pessoal do operador com um determinado método. Principais operações matemáticas para mensurar o erro aleatório.

a) Propagação da incerteza na adição e subtração

Supondo que um analista faça vários experimentos e que, ao final, ele deva fazer operações de soma e subtração entre os métodos utilizados, a equação a ser utilizada para cálculo das incertezas totais é obtida a partir das incertezas individuais de cada operação feita. A fórmula, no caso de operações de adição e subtração, fica como na Equação 1.2 a seguir:

Equação 1.2

$$e_4 = \sqrt{e_1^2 + e_2^2 + e_3^2}$$

Usando um caso prático de soma e subtração de valores temos:

$$\begin{array}{r} 1,76 (\pm 0,03) \\ + 1,89 (\pm 0,02) \\ - 0,59 (\pm 0,02) \\ \hline 3,06 (\pm e_4) \end{array}$$

Nesse caso, o valor de e_4 é calculado com base na Equação 1.2, que fica:

$$\begin{aligned} e_4 &= \sqrt{(0,03)^2 + (0,02)^2 + (0,02)^2} \\ e_4 &= 0,04 \end{aligned}$$

Esse valor $\pm 0,04$ pode ser expresso como incerteza relativa percentual que calculado fica:

$$\text{Incerteza relativa percentual} = \frac{0,041}{3,06} \times 100 = 1,3\%$$

$$\text{Incerteza relativa percentual} = 1\%$$

Logo, a correta resposta para a operação aritmética é:

$$3,06 (\pm 0,04) \quad \text{Incerteza absoluta}$$

$$3,06 (\pm 1\%) \quad \text{Incerteza relativa}$$

b) Propagação da incerteza na multiplicação e divisão

Para a multiplicação e divisão o primeiro passo é transformar todas as incertezas absolutas em incertezas relativas percentuais então, calcula-se o erro no produto ou no quociente da seguinte maneira (Equação 1.3):

Equação 1.3

$$\%e_4 = \sqrt{(\%e_1)^2 + (\%e_2)^2 + (\%e_3)^2}$$

Cada um dos três erros são as incertezas relativas percentuais de cada parte da operação aritmética e, no final, temos a incerteza relativa percentual global.

Muitas vezes o bom senso deve prevalecer, e cabe ao analista decidir quão preciso deve ser o método. Para isso ele deve levar em consideração vários fatores, como:

- Objetivo da análise química.
- Tempo disponível para a escolha, implementação e execução do método.
- Recursos financeiros disponíveis.
- Recursos materiais e humanos disponíveis.

1.4 Distribuição Gaussiana

Os dados obtidos de uma análise química se agrupam muito próximos de uma curva suave. A curva suave damos o nome de **distribuição Gaussiana**. Nela, os valores das medidas tendem a se agrupar em torno do valor médio.

O gráfico da Figura 1.4 mostra uma curva Gaussiana hipotética de um experimento qualquer. Na curva, a maior parte dos valores tende a se agrupar no centro da curva, dentro dos limites da linha pontilhada azul. O valor zero no eixo das abscissas da curva, representa o centro da curva e onde se encontra o valor médio dos dados obtidos. A distância do valor zero (média dos valores obtidos) até o ponto em que a curva toca no eixo das abscissas é o desvio padrão.

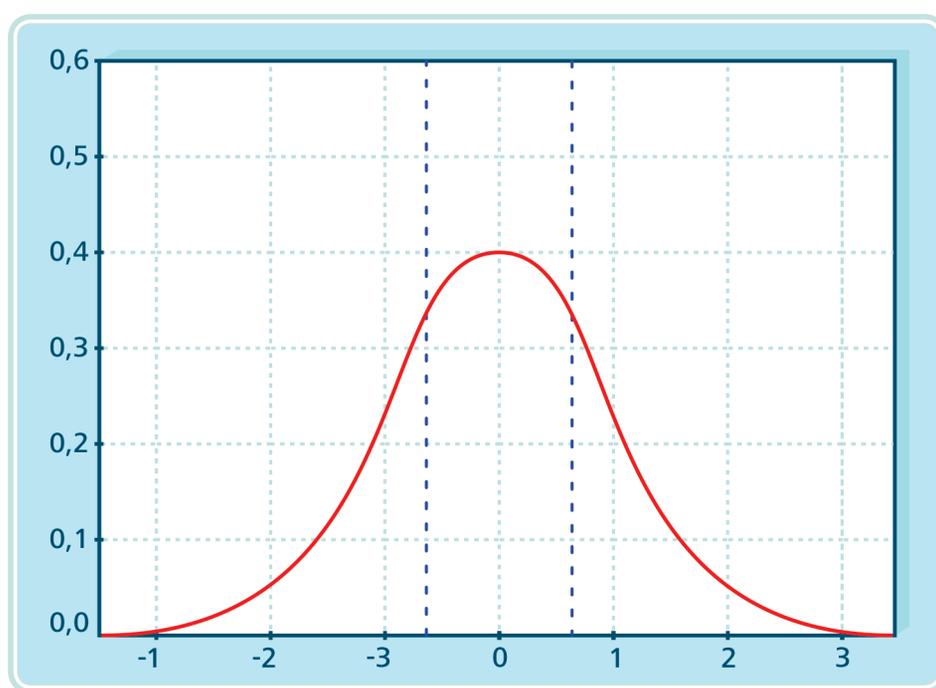


Figura 1.4: Exemplo do formato de uma curva de distribuição Gaussiana

Fonte: autores

Para se obter uma curva Gaussiana são necessárias muitas repetições de experimentos. Porém, não podemos fazer tantas medidas assim em experimentos simples de laboratório no nosso cotidiano. O que é mais comum e provável é que o experimento seja repetido 3 a 5 vezes. Graças à estatística podem-se estimar os parâmetros estatísticos que descrevem um conjunto grande de resultados, a partir de um conjunto menor de resultados.

A partir da curva Gaussiana é possível, portanto, obter-se a média aritmética de um conjunto de dados, que é a soma de todos os valores medidos divididos por n , em que n é número de medidas feitas. Veja a Equação 1.4:

Equação 1.4

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$$

Onde: \bar{x} é a média dos valores lidos

$$\sum_{i=1}^n x_i = x_1 + x_2 + x_3 + \dots + x_n$$

Substituindo a e média dos valores lidos na Equação 1.4 temos:

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + \dots + x_n}{n}$$

A Tabela 1.4 apresenta como se calcula e qual a função de cada cálculo estatístico feito em um conjunto de dados, nesse caso, em uma população.

Tabela 1.4: Aplicação da equação em um conjunto de dados qualquer

Análise	Resultado
1	14,32
2	14,03
3	14,56
4	14,20
5	14,33
6	14,35
7	14,22
8	14,98
9	14,56
10	14,27
11	14,65
12	14,00
13	14,01
14	14,02
15	14,09
16	14,98
17	14,66
18	14,55
19	14,20
20	14,99

Análise	Resultado
Média (\bar{x})	14,40
Desvio padrão (s)	0,3291
Desvio padrão relativo = $\left(100 \times \frac{s}{\bar{x}}\right)$	2,285%

Fonte: autores

Ainda na Tabela 1.4, pode-se verificar como se calculam e interpretam dois dados importantes na análise química: a média aritmética e o desvio padrão. A partir desses dois dados e da curva Gaussiana, pode-se concluir que, uma boa análise química e um bom método devem resultar nos mesmos valores de desvio e média, mesmo que se façam 3 ou 2.000 análises químicas. A curva Gaussiana é calculada de acordo com a Equação 1.5 a seguir:

Equação 1.5

$$y = \frac{1}{\sigma \sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(x - \mu)^2}{2\sigma^2}}$$

A Equação 1.5 mostra que a construção de uma curva Gaussiana não é tão simples e exige muito tempo. Neste caso, uma ferramenta bastante útil é a utilização do *software* Excel da Microsoft®, uma planilha eletrônica de dados.

No caso da Equação 1.5, os valores σ e μ podem ser substituídos por s e \bar{x} , quando o número de dados for pequeno para serem usados os valores de σ e μ . No nosso caso, ao invés de se trabalhar com uma população de dados, trabalha-se com uma amostra da população, então usa-se s e \bar{x} .

1.5 Intervalos de confiança e o teste t de Student

O **teste t de Student** é uma ferramenta estatística utilizada com muita frequência para expressar intervalos de confiança e para comparar resultados de experimentos diferentes.

Quando fazemos uma medida, estamos condicionados a um número limitado de dados e, na verdade, não podemos encontrar a média real de uma população μ nem o desvio padrão verdadeiro σ . O que ocorre na prática é a determinação dos valores de \bar{x} e s , ou seja, a média e o desvio padrão das amostras.

O intervalo de confiança, neste caso, é uma expressão condicionante de que a média real μ , provavelmente ocupa uma posição dentro de certa distância da média medida \bar{x} . O intervalo de confiança de μ é dado pela Equação 1.6.

Equação 1.6

$$\mu = \bar{x} \pm \frac{ts}{\sqrt{n}}$$

Onde: μ é o intervalo de confiança
 \bar{x} é a média aritmética
 t é o valor do teste t de Student
 s é o desvio padrão das amostras medidas
 n é o número de observações

Os valores do teste t de Student são tabelados e podem ser encontrados com facilidade em qualquer livro de Estatística. Na realidade, usando a ferramenta Excel da Microsoft® o que precisamos saber é o percentual de confiança que desejamos. Quem estabelece o grau de confiança para seus dados é o próprio analista. O grau de confiança mais utilizado é o valor de **95%** de confiança no teste **t de Student**.

Para que fique mais claro como é inserido no Excel o cálculo da função do intervalo de confiança, a Figura 1.5 traz um diagrama muito simples para guiar seus estudos neste programa.

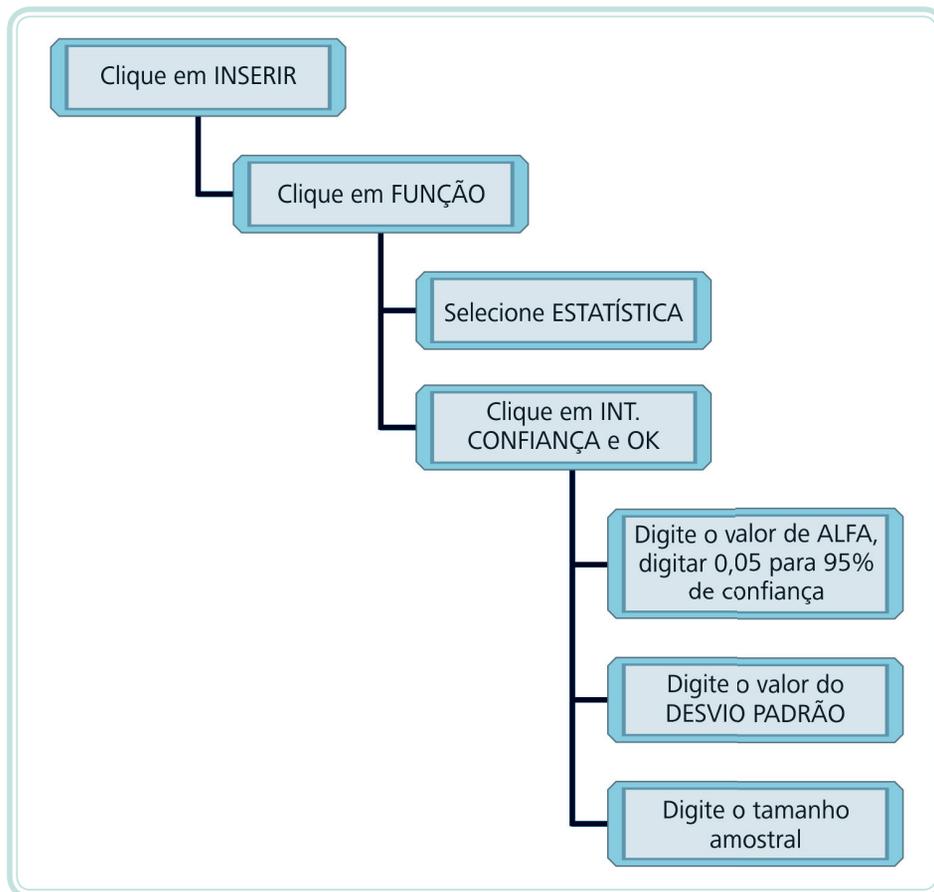


Figura 1.5: Diagrama esquemático para cálculo do intervalo de confiança no Excel da Microsoft®
Fonte: autores

Student foi o pseudônimo de W. S. Gosset. Gosset era pesquisador da Cervejaria Guinness da Irlanda. A fábrica restringiu as publicações de Gosset por causa de direitos de propriedade. Porém, pela importância de seu trabalho, Gosset teve permissão para publicá-lo, mas com um nome fictício. O teste t de Student é utilizado para comparação de resultados de experimentos diferentes e para calcular intervalos de confiança (vide Equação 1.6).

Coletar amostras em pontos diversos de um lago qualquer, retornando mensalmente nos referidos pontos durante 12 meses.

A pesquisa consiste em comparar os valores de oxigênio dissolvido no lago no período de amostragem, isto é, inferir a probabilidade de que os valores de oxigênio das amostragens serão encontrados num certo intervalo, no período amostral.

Esse tipo de cálculo também é feito pelo Excel, como a Figura 1.6 mostra.

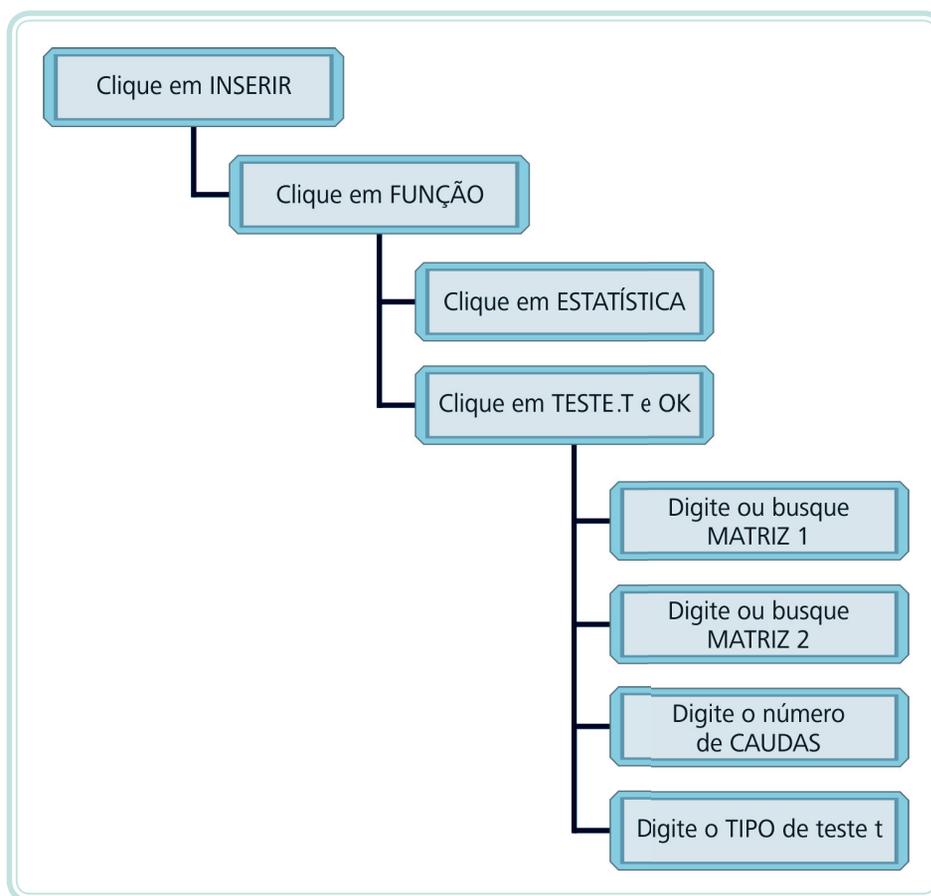


Figura 1.6: Diagrama esquemático para cálculo do teste t de Student no Excel da Microsoft®
Fonte: autores

No diagrama, o valor das matrizes é o resultado das medidas dos teores de oxigênio dissolvido em cada um dos pontos analisados em cada mês de estudo. Como o programa só trabalha com duas matrizes de dados, é conveniente transformá-los em duas matrizes, uma é primeiro semestre; a outra segundo. A Tabela 1.5 mostra os cálculos estatísticos dos valores referentes ao oxigênio dissolvido do primeiro e segundo semestre de um ano qualquer, de um lago tropical não poluído.

Tabela 1.5: Estudo estatístico dos valores de oxigênio dissolvido em um lago tropical não poluído

Ordem	1º semestre	2º semestre
1	7,5	5,2
2	7,0	5,1
3	7,3	5,0
4	6,9	5,6
5	7,0	4,0
6	7,7	3,9
7	7,8	6,6
8	7,2	5,2
9	7,1	5,0
10	7,4	5,0
11	7,5	5,2
12	6,8	6,6
13	6,7	6,9
14	7,0	7,0
15	7,7	7,1
16	7,0	5,6
17	7,4	5,6
18	6,8	5,5
Média	7,2	5,6
Desvio padrão	0,34	0,94
Desvio padrão %	4,71	16,97
Intervalo de confiança para 95%	0,157	0,436
Variância	0,115	0,891
Teste t de Student	6,26 x 10 ⁻⁷	

Fonte: autores

De acordo com a Tabela 1.5, o teste t de Student sugere que há uma variação pequena no período amostral, ou seja, a probabilidade é muito pequena de que os valores de oxigênio dissolvido estejam fora da faixa de valores determinados na média e intervalo de confiança. Se outra análise for feita em outro período amostral, os valores tendem a ser próximos.

1.6 Média aritmética e média ponderada

Quando se executa uma série de análises de uma mesma amostra, obviamente não se obtém exatamente o mesmo valor, mesmo que execute o método da mesma maneira. Dessa forma, é necessário que no final da série de análises, obtenha-se um valor que expresse o valor final de uma determinada amostra.

Nesse sentido, entra o cálculo da média aritmética, que é o somatório de todos os valores encontrados dividido pela quantidade de análises feitas. A Equação 1.7 expressa matematicamente o valor da média aritmética simples.

Equação 1.7

$$\bar{x} = \frac{\sum_i x_i}{n}$$

Onde: \sum símbolo que significa somatório
 x_i são os valores obtidos em cada análise individual e n o total de análises feitas

Levando-se em conta os dados da Tabela 1.5, de posse da Equação 1.7, calcula-se a média aritmética da seguinte forma:

$$\bar{x} = \frac{\sum_i x_i}{n} = \frac{(7,5 + 7,0 + 7,3 + 6,9 + 7,0 + \dots + 6,8)}{18} = 7,2$$

$$\bar{x} = 7,2$$

A média aritmética ponderada é muito parecida com a média aritmética simples, porém, há a atribuição de pesos para cada medida. Na prática, algumas vezes certas medidas têm uma importância muito maior do que outras, portanto, pesos diferentes.

A Tabela 1.6 mostra como calcular a média ponderada das notas de Química dos alunos. Para cada bimestre é atribuído um peso. O 4º bimestre tem peso maior.

Tabela 1.6: Notas e cálculo da média ponderada de Química de um aluno

1º bimestre		2º bimestre		3º bimestre		4º bimestre	
Nota	Peso	Nota	Peso	Nota	Peso	Nota	Peso
7,0	1	6,0	2	3,0	4	10,0	6
Média ponderada	$\bar{p} = \frac{[(7,0 \times 1) + (6,0 \times 2) + (3,0 \times 4) + (10,0 \times 6)]}{(1 + 2 + 4 + 6)} = \frac{7,0 + 12,0 + 12,0 + 60,0}{13} = \frac{91}{13} = 7,0$						
	$\bar{p} = 7,0$						

Fonte: autores

Em síntese, a Equação 1.8 mostra a fórmula genérica de como calcular a média ponderada.

Equação 1.8

$$\bar{p} = \frac{\sum_i (x_i \times w)}{w_1 + w_2 + w_3 + \dots + w_i}$$

1.7 Desvio padrão

Desvio padrão expressa o quanto um determinado valor se afasta da média de uma população ou amostra. Com base no desvio padrão é possível tirar conclusões muito importantes em análise química. Por exemplo, se um técnico faz uma série de análises químicas para calibração de um equipamento e obtém uma tabela de valores cujo desvio padrão é muito alto indica que suas análises não foram satisfatórias, em outras palavras, os valores encontrados por ele estão muito longe do valor da média aritmética, e os seus dados devem ser descartados.

A correta manipulação do desvio padrão promove resultados benéficos. Numa operação de calibração e validação de método não se permitem valores de desvio padrão altos. Numa análise de amostras desconhecidas no meio ambiente em períodos amostrais diferentes, o desvio padrão pode apenas significar que há grande variação nos valores ao longo das estações. Já grandes valores de desvio padrão numa indústria farmacêutica podem indicar problemas na linha de produção e a análise deve ser refeita para confirmação desses valores, que se confirmados indicam que os remédios devem ser descartados.

Matematicamente a Equação 1.9 mostra como calcular o desvio padrão. Devemos lembrar que o desvio padrão pode ser calculado usando-se a ferramenta Excel da Microsoft®.

Equação 1.9

$$s = \sqrt{\frac{\sum_i (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

Onde: \sum é o somatório das medidas feitas
 x é o valor encontrado
 n é o número de medidas feitas

O desvio padrão também pode ser determinado em termos de percentuais (%) de acordo com a Equação 1.10.

Equação 1.10

$$s\% = 100 \times (s / \bar{x})$$

1.8 Teste Q

O teste Q é, uma ferramenta decisiva para ajudar a descartar ou não um dado quando este parece inconsistente relativamente aos dados restantes.

Exemplo

Suponhamos que um analista faça várias réplicas de uma análise de fósforo em uma amostra e tenha como resultado os seguintes valores: 12,53; 12,66; 12,54; 12,53; 12,55; 12,52; 12,52; 12,53. A dúvida é: o ponto 12,66 deve ser descartado?

Os passos para realizar esse cálculo são:

- a) Organizar os dados em ordem crescente de valores.
- b) Calcular a variação do valor questionado e do valor mais próximo.
- c) Calcular o intervalo entre o primeiro e o último valores da escala.

A Equação 1.11 apresenta a fórmula para cálculo do $Q_{\text{calculado}}$ para compará-lo com o Q_{tabelado} .

Equação 1.11

$$Q_{\text{calculado}} = \frac{\text{Variação}}{\text{Intervalo}}$$

Levando-se em consideração os valores 12,53; 12,66; 12,54; 12,53; 12,55; 12,52; 12,52; 12,53; o esquema esboça como é feito o cálculo do teste Q.



Figura 1.7: Esquema do cálculo do teste Q

Fonte: autores

Usando-se a Equação 1.11 podemos calcular o valor do $Q_{\text{calculado}}$:

$$Q_{\text{calculado}} = \frac{\text{Variação}}{\text{Intervalo}} = \frac{(12,66 - 12,55)}{(12,66 - 12,52)} = \frac{0,11}{0,14} = 0,79$$

$$Q_{\text{calculado}} = 0,79$$

Comparamos o valor de $Q_{\text{calculado}}$ com o do Q_{tabelado} . Consultando, a Tabela 1.7 verificamos que para 8 observações o $Q_{\text{calculado}} > Q_{\text{tabelado}}$. Nesse caso, o analista deve descartar o valor 12,66. A regra é:

- Descarta-se o valor em questão quando: $Q_{\text{calculado}} > Q_{\text{tabelado}}$
- Mantém-se o valor em questão quando: $Q_{\text{calculado}} < Q_{\text{tabelado}}$

Tabela 1.7: Valores de Q para rejeição de dados

Q (confiança de 90%) ^a	Número de observações
0,76	4
0,64	5
0,56	6
0,51	7
0,47	8
0,44	9
0,41	10

(^a) $Q = \text{variação}/\text{intervalo}$. Se $Q_{\text{calculado}} > Q_{\text{tabelado}}$ o valor em questão pode ser rejeitado com uma confiança de 90%.
Fonte: Harris, 2008

Resumo

Esta aula constitui-se num curso básico e introdutório aos elementos de estatística, para trabalhar com controle de processos e certificação de calibração. Os tópicos de estatística estudados foram: desvio padrão, intervalos de confiança, teste Q, teste t de Student, Algarismos significativos, tipos de erros em química, distribuição Gaussiana dentre outros. Estudou-se como deve ser elaborada uma curva de calibração e qual a sua importância para a química e controle de qualidade em calibração.



Atividades de aprendizagem

1. Quais são os padrões fundamentais que originam as unidades mais comuns do Sistema Internacional?
2. O que é algarismo significativo?
3. Suponha que você mediu a massa de um determinado reagente em uma balança de 4 casas decimais, e que o valor lido foi de 10,2356 gramas. Quantos algarismos significativos tem esse número?
4. Quais são os tipos de erros experimentais que existem?
5. O que é erro aleatório?
6. Diferencie precisão de exatidão.
7. Defina:
 - a) Incerteza absoluta.
 - b) Incerteza relativa.
 - c) Intervalo de confiança.
 - d) Teste t de Student.
8. Defina matematicamente:
 - a) Média aritmética.

b) Média ponderada.

c) Desvio padrão.

9. Faça o cálculo do Teste Q do seguinte conjunto de números, e diga se o número 12,32 deve ser descartado.

12,33; 12,32; 12,36; 12,34; 12,38; 12,37; 12,39; 12,33

Aula 2 – Certificados de calibração

Objetivos

Conhecer os processos e normas de certificação de qualidade e calibração de materiais, vidrarias e equipamentos.

Conhecer os requisitos gerais para competência de laboratórios e validação de métodos.

2.1 Porque há necessidade de certificação de qualidade?

Todo processo analítico está associado à confiança nos resultados analíticos. Se um analista faz a análise de uma amostra para determinação dos teores de potássio, o método analítico usado deve fornecer resultados precisos e exatos. Caso isso não ocorra, há algum problema na metodologia e ela deve ser revista.

A certificação de qualidade vem ao encontro dessa necessidade de confiança nos dados obtidos em uma análise química. A certificação, na verdade descreve as indicações quantitativas que avaliam se a qualidade exigida dos dados foi satisfeita. A certificação de qualidade é uma série de normativas de controle de tudo que é feito no laboratório, desde o controle de coleta das amostras até o tratamento final dos dados obtidos.

Tudo passa pela certificação de qualidade: controle da linearidade das curvas de calibração, produção de sinais de baixa intensidade pelos brancos, reprodutibilidade de análises repetidas, documentação de como as amostras são conservadas adequadamente, como os instrumentos são mantidos, grau de variação nos resultados obtidos, verificação periódica, linearidade dos equipamentos de laboratório, calibração periódica desses equipamentos, etc.

Obviamente não devemos confundir certificação de qualidade com controle de qualidade. Controle de qualidade se refere às medidas tomadas para assegurar a exatidão e a precisão dos resultados analíticos. Esse conceito de controle de qualidade restringe sua atuação à análise química propriamente

dita tal como, calibração de uma balança analítica, execução rigorosa de uma metodologia, controle de intempéries que possam afetar os resultados, em suma ele se baseia num procedimento padrão de operação que está escrito e especifica exatamente as etapas a serem seguidas. É comum ouvirmos falar nos laboratórios dos procedimentos operacionais padrão ou POP's. Essas "cartilhas" têm como finalidade garantir o controle de qualidade das análises químicas feitas.

2.2 Certificação de calibração

Uma calibração não é feita aleatoriamente e sem objetivos específicos. Quando se calibra uma balança, por exemplo, o objetivo é, determinarem-se vários parâmetros estatísticos tais como variância, desvio entre as medidas, intervalo de confiança, entre outros. Isso para garantir confiabilidade nas pesagens.

Para isso, há uma normatização dos procedimentos de calibração e regras que devem ser seguidas e que, de preferência, sigam um padrão internacional. Somente dessa maneira é possível que um certificado de calibração seja emitido. No caso da balança, por exemplo, são utilizados pesos padrões de nomenclatura internacional, no Sistema Internacional de Unidades. Várias pesagens são feitas com pesos diferentes, para que o certificado de calibração seja emitido.

No Brasil a ABNT, Associação Brasileira de Normas Técnicas, é o órgão brasileiro responsável pelo estabelecimento de normas para competência de laboratórios de ensaio e calibração. Para isso a ABNT elabora normas de requisitos básicos que servem como guia, ou seja, uma cartilha que orienta os laboratórios em nosso país para a obtenção de certificados de ensaio e calibração.

No Brasil o INMETRO (Instituto Nacional de Metrologia) é um dos órgãos existentes para emissão desses certificados de calibração. Para isso os laboratórios devem ser credenciados ao INMETRO e dessa maneira os laboratórios podem solicitar certificação de calibração, e somente obtendo essa certificação é que o laboratório obtém um dos requisitos necessários para obtenção da Certificação de Qualidade.

Uma certificação de qualidade bastante conhecida mundialmente é a certificação ISO 9000. ISO vem da sigla em inglês para *International Organization for Standardization* que significa **Organização Internacional para Padronização**. A ISO congrega mais de 170 países e foi criada em 23 de fevereiro

de 1947, em Genebra, na Suíça. A ISO também especifica normas de gestão de qualidade.

Há várias certificações ISO:

- **ISO 9000** que normatiza o sistema de gestão da qualidade em ambientes de produção.
- **ISO 14000** que diz respeito a normas de gestão ambiental para ambientes de produção.
- **ISO 10006** diz respeito à gestão da qualidade aplicada em gestão de projetos, entre outras várias certificações.

A grande vantagem da utilização desses padrões internacionais é a intercambiabilidade de dados e produtos em mais de 170 países, o que facilita e torna confiáveis produtos e serviços comercializados entre os estabelecimentos que utilizam as mesmas normas.

Várias organizações em diversos países são responsáveis pela ISO em seu território, o Quadro 2.1 apresenta algumas dessas entidades.

Quadro 2.1: Algumas organizações responsáveis pela ISO em seu território

País	Organização responsável	Sigla
Alemanha	<i>Deutsches Institut für Normung</i>	DIN
Angola	Instituto Angolano de Normalização e Qualidade	IANORQ
Brasil	Associação Brasileira de Normas Técnicas	ABNT
Estados Unidos	<i>American National Standards Institute</i>	ANSI
Moçambique	Instituto Nacional de Normalização e Qualidade	INNOQ
Portugal	Instituto Português da Qualidade	IPQ

Fonte: ABNT/NBR 17.025, 2005

Várias são as ISO's existentes tais como a ISO 31, ISO 1000, ISO 216. Não é nossa intenção aqui citar todas as normas ISO existentes, mas apenas mostrar que assim como esta norma de certificação de qualidade, em algum tipo de produto ou serviço, existem outras várias certificações de qualidade.

2.3 Certificação de qualidade e estatística: interdisciplinaridade

A estatística é uma importante ferramenta para a certificação da qualidade, obviamente não é resposta para tudo, mas orienta no intuito de obter a certificação para qualquer norma como a ISO, o selo do INMETRO, etc.

É importante ligar o que foi estudado com o que está sendo estudado. A isso damos o nome de **interdisciplinaridade**, que é o ato de ligar os assuntos. Nada existe isoladamente no mundo do conhecimento. Tudo está interligado, inter-relacionado. Não aprendemos estatística em vão, há uma finalidade nisso.

Por exemplo, um ato comum na certificação ISO são as auditorias, nelas são verificadas, entre outros vários itens, a calibração dos equipamentos, daí a importância do estudo da estatística na Aula 1.

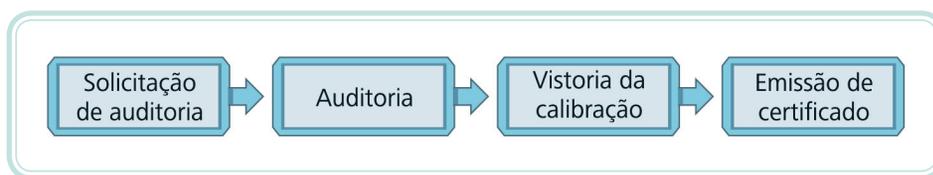


Figura 2.1: Esquema para solicitação de certificação de qualidade para o item calibração de equipamentos na ISO 9000

Fonte: CTISM, adaptado de Leite, 2002

Dessa forma podemos entender a importância da aplicação da estatística no campo da qualidade. Devemos começar com a qualificação da mão de obra da empresa ou indústria. Não faz nenhum sentido obter o certificado de qualidade se a mão de obra não é qualificada. Para isso cursos, qualificação, habilidades e competências para os funcionários são fundamentais.

2.4 Fundamentos de certificação de qualidade

Quando se fala em certificação de qualidade não se fala única e exclusivamente a qualidade por si só. É necessário que a educação seja peça de uma cultura organizacional. Pois, há muitas empresas correndo atrás de uma certificação sem se preocupar com o funcionário, o fornecedor e o consumidor. A obtenção de um selo de certificação não é garantia de que se atingiu a qualidade desejada no sentido real da palavra.

Qualidade não é um selo, palavra ou conceito puro e simples, mas um conjunto complexo de ações que visam à mudança de hábitos.

O primeiro passo para a certificação de qualidade é a escolha da equipe responsável; em seguida vem a definição do sistema de qualidade adequado. Após a definição do sistema, deve-se partir para a adaptação desse sistema à legislação vigente.

Em outras palavras, se você deseja implementar um sistema de gerenciamento em uma empresa de exploração de madeira, a implantação da ISO 14000 seria bastante adequada.

Enfim, para certificação da qualidade é importante observar:

- Envolvimento da equipe de implantação e controle de qualidade.
- Escolha do sistema mais adequado ao que se pretende produzir.
- Adaptação do sistema de gerenciamento de qualidade à legislação vigente.



Figura 2.2: Regras básicas para implantação de um sistema de gerenciamento da qualidade
Fonte: CTISM, adaptado de Leite, 2002

Escolhido o sistema de gerenciamento, o próximo passo é a adaptação do sistema à legislação vigente. Isso significa que, se você for contratado para implementar um sistema de gerenciamento de acordo com a ISO 14000, que é o sistema de gerenciamento ambiental, depois de escolher o sistema você deve adaptá-lo à RESOLUÇÃO CONAMA 357, que é a legislação ambiental vigente no Brasil.

Ao se montar um laboratório de análises químicas do solo para emissão de laudos, com padrão internacional, qual é o melhor sistema de gerenciamento para se implantar no laboratório? A escolha do sistema é primordial. Isso significa que se pode escolher o sistema ISO 9000, porém o sistema **BPL** (Boas Práticas de Laboratórios) parece ser mais adequado.

O sistema **BPL** usa como referência a OECD, que significa *series on principles of good laboratory practice (GLP) and compliance monitoring*. Em virtude de o BPL tratar exclusivamente de práticas e procedimentos laboratoriais, esse parece ser o melhor sistema de gerenciamento para um laboratório de análise de solos.

O SENAI/INMETRO define como boas práticas de laboratório “um conjunto de normas que dizem respeito à organização e às condições sob as quais estudos em laboratório e ou campo são planejados, realizados, monitorados, registrados e relatados”.

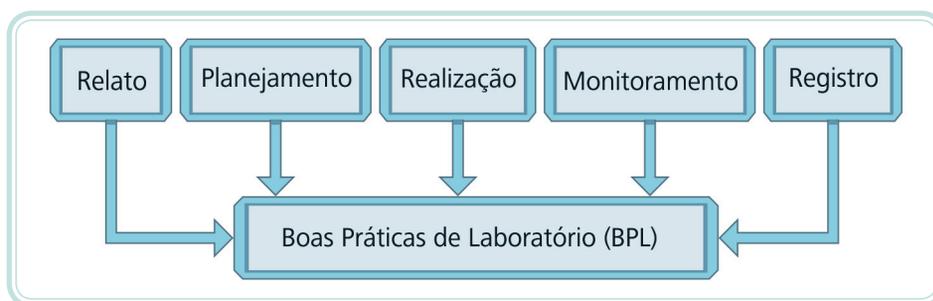


Figura 2.3: Esquema que mostra operações que levam a boas práticas de laboratório
Fonte: CTISM, adaptado de Leite, 2002

2.5 Validação de método

Há algumas décadas, o sucesso dos resultados esperados de uma análise química dependia muito mais do analista do que da metodologia ou dos aparatos e equipamentos disponíveis. Hoje, com o desenvolvimento tecnológico, os equipamentos de laboratório ficaram muito mais sofisticados e muito menos dependentes das decisões, ações ou conclusões do analista.

A perda da visão sistêmica da análise química foi um péssimo resultado disso, o que fez com que ele perdesse o elo com os princípios químicos da análise. Em outras palavras, hoje o analista tem dificuldade com os princípios básicos das análises químicas. Obviamente a evolução dos aparatos e equipamentos laboratoriais não é ruim, mas há que se tomar cuidado com essa modernização, pois existem muitos campos da Química onde a figura do analista é

indispensável, a confiabilidade e qualidade de um equipamento não garantem bons resultados em uma análise química.

Em especial na validação de método, é fundamental a “validação” do analista. A validação de uma metodologia envolve desde os princípios químicos de análise química, até a conclusão e interpretação dos resultados finais. Não é possível validar um método com um analista “engessado” e sem criatividade. É necessário que este saiba sair de situações complicadas e entenda como usar outro caminho quando uma metodologia não produz resultados satisfatórios, além de discernir entre satisfatório e não satisfatório.

Para que fique mais claro, hoje é possível comprar pHmetros com soluções padrões (solução tampão) de pH prontos do fabricante. Há alguns anos o analista fazia seu próprio padrão a partir de reagentes comuns em laboratórios de química. Hoje é possível comprar pronto. Com isso, o analista, ao longo do tempo perde a sensibilidade para determinar o erro em uma medida quando ela ocorre.

Hoje o analista é um mero reproduzidor de procedimentos escritos, sem a liberdade de se adaptar às inúmeras metodologias existentes. É necessário que o químico entenda os princípios químicos e dependa menos de interpretações eletrônicas dos inúmeros equipamentos laboratoriais existentes. Dessa forma, na eventualidade de um erro sistêmico, o químico certamente saberá como se sair facilmente, se sua base química for sólida.

Numa análise química bem como numa validação de método, podemos ter dois perfis de analista: o analista de ontem e o analista de hoje. O esquema da Figura 2.4 ilustra o que queremos dizer.

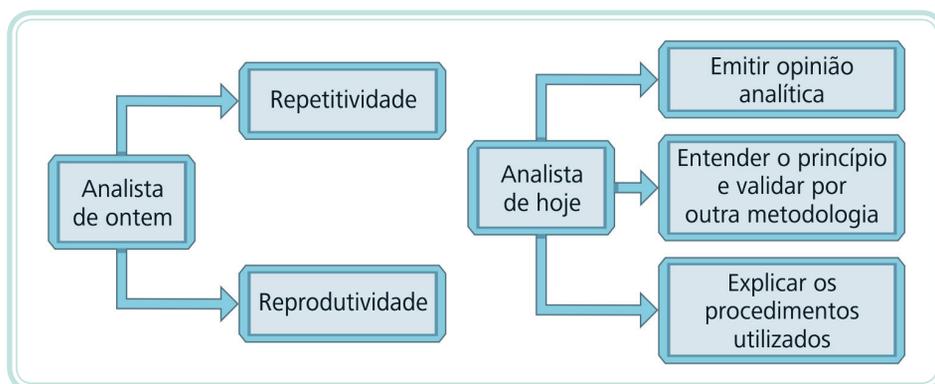


Figura 2.4: Esquema que mostra as características do analista de ontem e do analista de hoje

Fonte: CTISM, adaptado de Leite, 2002

Na validação de método, o primeiro passo é definir as **metodologias tradicionais existentes** para, a partir delas, definir os princípios químicos que norteiam a análise. Não havendo metodologias tradicionais de análise, o método deve ser desenvolvido a partir dos princípios químicos. Dessa forma, dá-se início a uma série de testes para verificar a reprodutibilidade dos resultados. Obviamente nesse ponto da validação lança-se mão de soluções padrões, testes cegos, reagentes padrões de concentrações conhecidas, para verificar se o método realmente funciona.

A validação do método obviamente passa, em primeira etapa, pela escolha do método. Nesse caso, existem duas possibilidades: (1) o método já existe e é necessária apenas uma adequação do método às condições de análise; (2) o método não está disponível e é necessária uma pesquisa bibliográfica. Nesse último caso, quando disponível algum método similar ele é adequado e validado; quando não está disponível é necessária a escolha de uma técnica baseada nas propriedades químicas e físicas do **analito** a ser mensurado. O esquema da Figura 2.5 mostra de forma simplificada a escolha do método analítico a ser validado.

A-Z

analito

É a parte da amostra que é o foco da análise química.

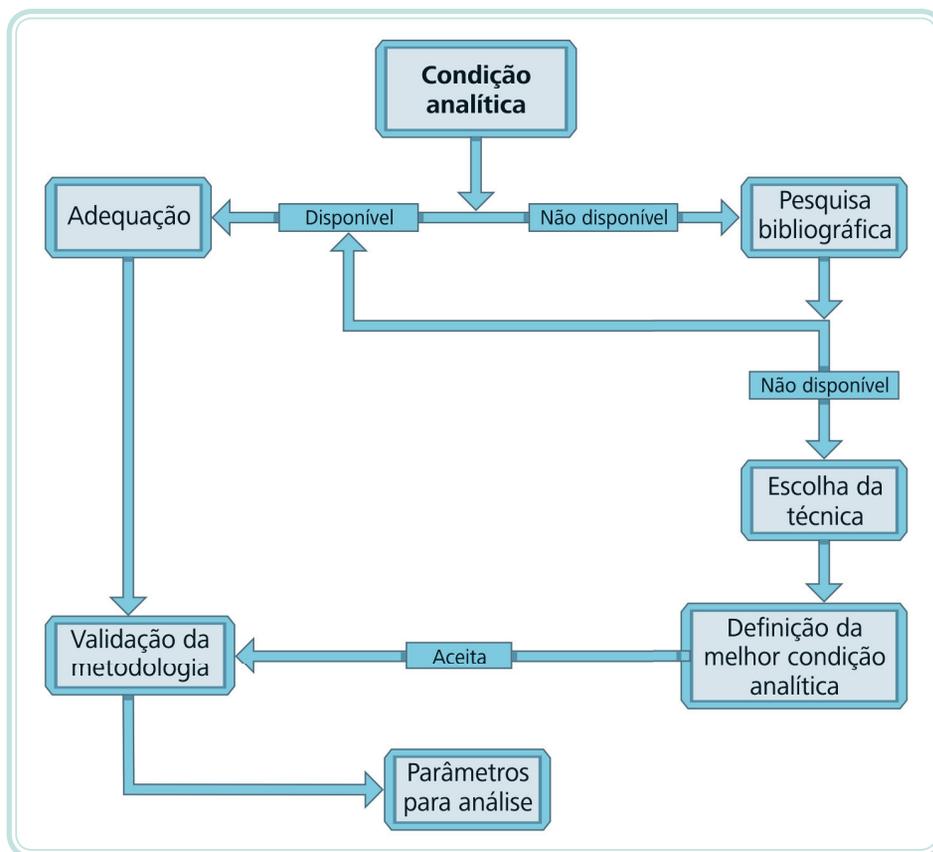


Figura 2.5: Fluxograma de escolha do método analítico a ser validado

Fonte: CTISM, adaptado de Leite, 2002

A Figura 2.6 traz a proposta de validação ou teste de um método analítico, em que a condição analítica é fator primordial para sua validação.

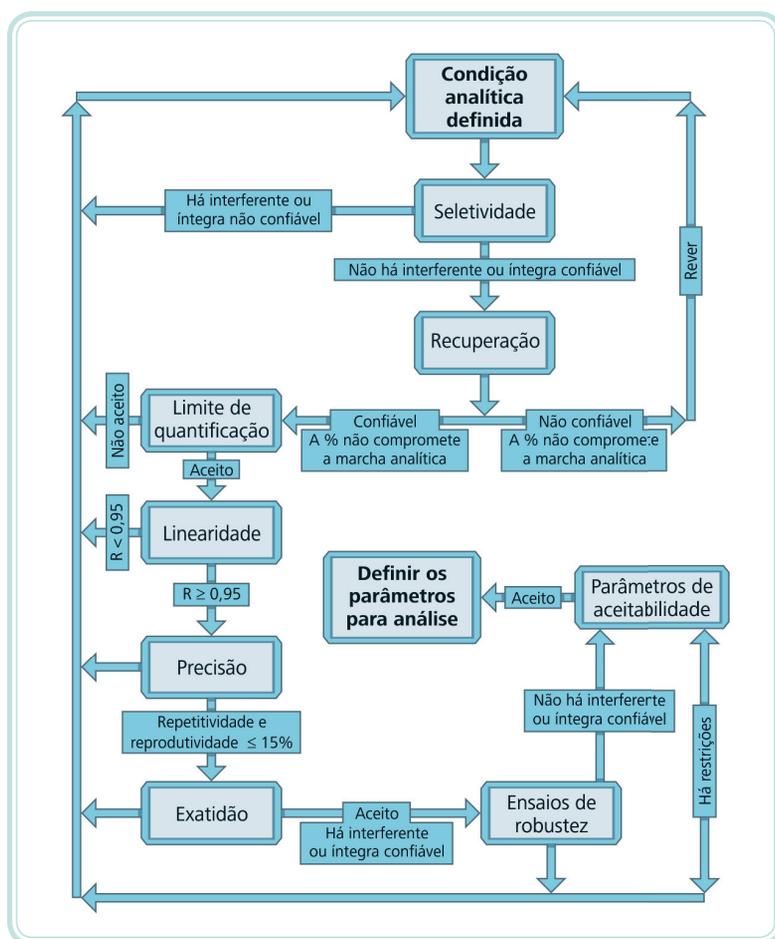


Figura 2.6: Fluxograma que esquematiza uma proposta de validação de método ou teste analítico

Fonte: CTISM, adaptado de Leite, 2002

A definição e validação de um método devem obedecer a alguns critérios a seguir:

Condição analítica definida – nesse caso deve ser observada a estabilidade do analito. Um analito instável não é adequado ao método desenvolvido, isso porque, ao iniciar a análise, os reagentes começam a reagir com o analito que se encontra em determinado estado molecular ou iônico. Se esse estado muda durante a reação química, devido à sua instabilidade, somente parte dele irá reagir, produzindo um falso negativo ou falso positivo.

Seletividade ou especificidade – uma metodologia deve ser seletiva (ou específica) para um determinado analito. Isto significa que, ao executar um

método analítico, o reagente deve agir de forma específica com relação à espécie química que se deseja determinar.

Por exemplo: uma das metodologias para análise dos teores de fósforo em água é a análise espectrofotométrica de fósforo, pelo método da complexação do molibdato de amônio com posterior redução pelo ácido ascórbico.

Nesse método o molibdato de amônio reage exclusivamente com o íon fosfato, o que faz dele um método bastante seletivo. Eventualmente, o molibdato pode reagir com outros íons na água. Para que este efeito indesejável não aconteça dois procedimentos são feitos: (1) faz-se o **branco**, que, nesse caso, é uma solução aquosa que tem todos os reagentes menos o analito em questão; (2) adiciona-se agentes mascarantes, que são substâncias químicas que reagem com os interferentes menos com o analito. Dessa forma, a amostra ou solução fica livre dos interferentes na análise química.

Recuperação – nesse caso, o procedimento é fazer várias corridas analíticas com concentrações diferentes. O que deve acontecer é que a razão de concentração dessas várias soluções devem se alterar de forma linear. Isso significa que, ao mudar a concentração do analito, a recuperação deve ter as mesmas características em qualquer concentração.

Limite de quantificação – ao se verificar o sinal analítico de várias soluções de um mesmo reagente em concentrações diferentes, é possível detectar o limite de quantificação do método trabalhado. Nesse caso, as soluções encontram-se em concentrações crescentes e, dessa forma, é possível detectar se o sinal da última solução (a solução mais concentrada) é confiável. Se sim, última solução (a de maior concentração) é o limite de detecção do método, considerado o **limite de quantificação do método**; se o sinal analítico não é confiável, retorna-se ao valor anterior. Se este for confiável é admitido como limite de quantificação e assim sucessivamente. Uma outra maneira de determinar o limite de quantificação quando o sinal não for confiável, consiste em executar a metodologia novamente com soluções em outra faixa de concentração.

Linearidade – quando uma determinada metodologia está sendo testada, os padrões analíticos são lidos de acordo com as várias metodologias disponíveis. Como resultado, obtém-se uma curva de resposta. Uma boa curva de resposta oferece uma boa linearidade, ou seja, o conjunto dos pontos resultantes, quando linearizados dão como resultado um coeficiente de probabilidade muito próximo de 100% ($R^2 \cong 1,0$). Normalmente uma boa curva

os resultados são do tipo 0,999; 0,998; 0,9999, etc., portanto, próximos de 1,0. Estatisticamente falando, quando feita a regressão linear dos dados obtidos, o resultado é uma reta que passa por todos os pontos ao mesmo tempo. Na verdade bem próximo de todos ao mesmo tempo, com a menor distância possível entre os pontos e a reta. Esta reta tem uma equação que a rege e um R² que determina sua precisão.

Precisão – a medida da precisão é facilmente identificada com a utilização de técnicas de repetitividade e reprodutividade. Repetitividade pode ser verificada numa sequência com a análise de padrões de concentrações distintas. Reprodutividade é verificada analisando-se as médias obtidas das medidas das concentrações iguais, ou comparando-se precisão entre essas medidas.

Exatidão – é determinada medindo-se a média de concentrações de padrões distintos, quando esse valor da média é próximo ou igual ao valor teórico, diz-se que o método tem boa exatidão.

Robustez – quando desenvolvemos determinada metodologia para uma análise química, ela pode sofrer interferência no resultado analítico em função da mudança de equipamento, reagentes, caráter do meio, mudança de fabricante, etc. Quando isso ocorre, diz-se que o sistema não é robusto, por isso medidas devem ser tomadas para evitar esse tipo de contratempo. Uma metodologia deve dar resultados precisos mesmo na mudança das condições analíticas.

Propostas de validação – propostas de validação podem ser feitas durante a validação do método: sugestões de confiabilidade também são interessantes, porém qualquer que seja a sugestão haverá discussões. Alguns critérios deverão ser observados tais como: (1) clareza das medidas, (2) não desperdício durante as análises (desperdício de tempo e de dinheiro), (3) busca de dados intercambiáveis e confiáveis, (4) precisão e exatidão das medidas.

2.6 Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração – ABNT NBR 17025:2005

A ABNT é o órgão responsável pelo estabelecimento de normas para competência de laboratórios de ensaio e calibração. Cabe a ela a elaboração de normas que servem como requisitos básicos para tal competência.

A norma NBR 17025:2005 regulamenta tais competências para laboratórios de ensaio e calibração. A seguir breves explicações a cerca dos itens mais importantes desta norma.

De modo geral a NBR 17025 se divide basicamente em duas vertentes: (1) **requisitos da direção**; (2) **requisitos técnicos**. Com relação aos requisitos da direção, a norma os trata de forma mais filosófica, dando-lhes uma importância mais “gerencial”. Já os requisitos técnicos são os que mais nos interessam.

2.6.1 Requisitos da direção

Dentre as muitas funções da direção e seus significados, as mais importantes da NBR 17025 são:

a) Organização

É dever de toda a direção o gerenciamento do sistema organizacional do laboratório.

b) Sistema de gestão

Estabelecer, implementar e manter um sistema de gestão adequado às atividades do laboratório. Obviamente o laboratório deve documentar tudo o que ocorre em seus domínios, como: políticas, sistemas, programas, procedimentos e instruções. Isso para garantir qualidade dos resultados em ensaios e/ou calibrações.

c) Controle de documentos

O laboratório deve ter normas, regras e procedimentos para controlar todos os documentos que fazem parte de seu sistema de gestão.

d) Análise crítica de pedidos, propostas e contratos

Um laboratório é um prestador de serviços que deve oferecer algo que satisfaça o cliente em primeiro lugar.

e) Subcontratos de ensaios e calibrações

Muitas vezes é necessário que um laboratório subcontrate serviços de outros laboratórios. Isso pode ocorrer por vários motivos, sobrecarga de trabalho, necessidade de conhecimento extra, incapacidade temporária.

f) Aquisição de serviços e suprimentos

Segundo a NBR 17025, o laboratório deve ter uma política de procedimento para seleção e compra de serviços e procedimentos usados nos ensaios e cali-

brações. Neste sentido, duas premissas devem ser observadas: a política deve estar atenta ao estoque; e a política também deve observar como, quando e de que forma essa aquisição deverá ser feita, como serão armazenados os materiais e reagentes e evitar sobrecarga do almoxarifado. A Figura 2.7 mostra um esquema de aquisição de serviços e suprimentos.

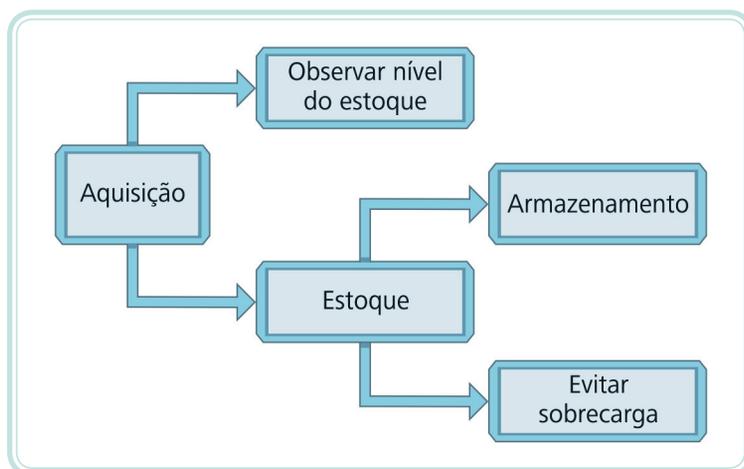


Figura 2.7: Esquema para a aquisição de serviços e suprimentos pela direção

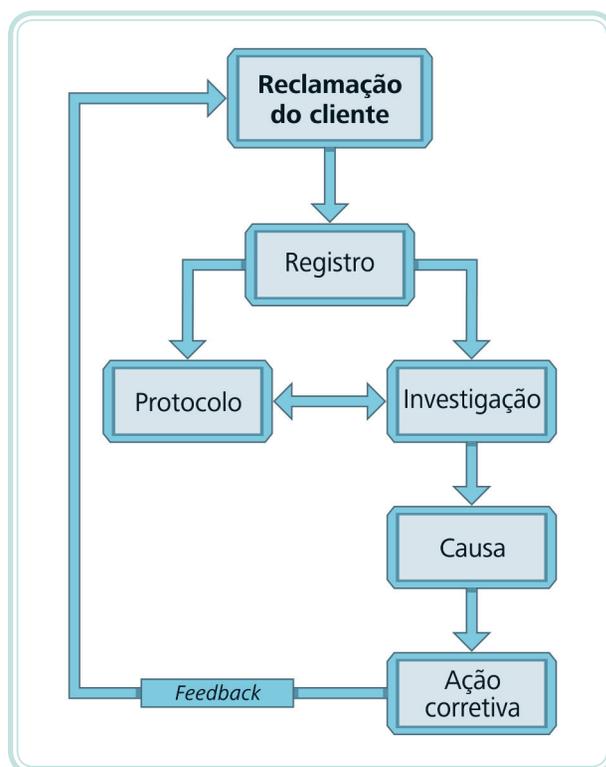
Fonte: CTISM, adaptado de Leite, 2002

g) Atendimento ao cliente

Com certeza o item mais importante de todos. Sem clientes, a razão de existir do laboratório perde o sentido. Segundo a NBR 17025:2005 “o laboratório deve estar disposto a cooperar com os clientes ou com seus representantes, para esclarecer o pedido do cliente e para monitorar o desempenho do laboratório em relação ao trabalho realizado”. É importante observar que, para atender a tal item o laboratório deve assegurar confidencialidade em relação a outros clientes.

h) Reclamações

De acordo com a NBR 17025 “o laboratório deve ter uma política e procedimento para solucionar as reclamações recebidas de clientes ou de outras partes”, conforme apresenta a Figura 2.8. Há um ditado que diz que um cliente satisfeito vale por outros cinco; um cliente insatisfeito vale por 50.



A-Z

feedback

É um termo em inglês para representar a ação de dar o retorno ao cliente ou fornecedores. Neste caso, feita a reclamação no final do processo corretivo o cliente toma ciência por parte da empresa como e quando o problema foi resolvido.

Figura 2.8: Organograma para atendimento ao cliente com feedback na etapa final

Fonte: CTISM, adaptado de Leite, 2002

i) Melhoria

Qualidade não é simplesmente alcançar as medidas desejadas, mas sim objetivar sempre o contínuo melhoramento de algo. Nesse sentido, a NBR 17025 diz que “o laboratório deve aprimorar continuamente a eficácia do seu sistema de gestão por meio do uso da política da qualidade”. Logo, várias ações podem ser tomadas, tais como: análise de causas, ações corretivas, monitoramento, auditorias adicionais, análise crítica da direção, etc.

2.6.2 Requisitos técnicos

De modo geral diversos fatores determinam a correção e a confiabilidade de um método em análise química, de um ensaio ou calibração em um laboratório. Dentre estes fatores há contribuições de:

- a) Fatores humanos.
- b) Acomodações e condições ambientais.
- c) Métodos de ensaio, calibração e validação de métodos.
- d) Equipamentos.

- e) Rastreabilidade da medição.
- f) Amostragem.
- g) Manuseio de itens de ensaio e calibração.

a) Fatores humanos

Nesse caso, estamos falando especificamente de quem trabalha no laboratório. Segundo NBR 17025 “a direção do laboratório deve assegurar a competência de todos que operam equipamentos específicos, realizam ensaios e/ou calibrações, avaliam resultados e assinam relatórios de ensaio e certificados de calibração”. Pessoas responsáveis pela operação de equipamentos específicos, para validação de métodos, que realizam ensaios e calibrações muito específicas ou cujo objetivo é a certificação, calibração ou validação devem ser qualificados, pois somente assim é que o método terá confiabilidade e o laboratório poderá emitir laudos válidos e confiáveis. A Figura 2.9 mostra o tripé que mantém a manutenção da qualidade e certificação do corpo técnico.

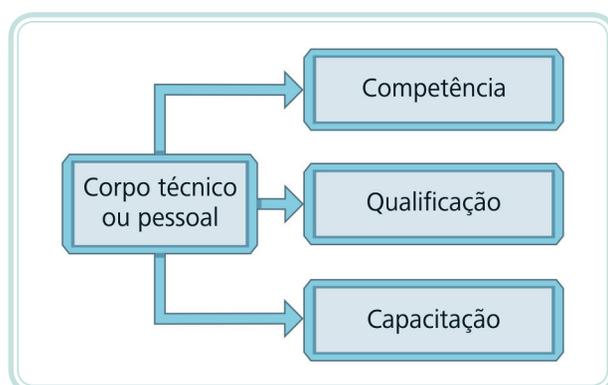


Figura 2.9: Tripé que mantém a manutenção da qualidade e certificação do corpo técnico
Fonte: CTISM, adaptado de Leite, 2002

b) Acomodações e condições ambientais

Quando um laboratorista realiza um ensaio ou calibração, é necessário que condições mínimas, em termos físicos e ambientais, sejam satisfeitas: luminosidade do laboratório, fontes de energia adequadas, ergonomia e *layout* adequado às condições estruturais do laboratório.

c) Métodos de ensaio, calibração e validação de métodos

Segundo a NBR 17025:2005 “o laboratório deve utilizar métodos e procedimentos apropriados para todos os ensaios e/ou calibrações dentro do seu escopo”.

Cada método é muito específico, cada método possui suas particularidades e peculiaridades. Cada análise é feita de uma forma e jeito diferentes, que variam segundo o analito em questão, a forma de amostragem, transporte, armazenagem, equipamento disponível, processadores de dados disponíveis, etc.

Para cada método o laboratório deve utilizar procedimentos e ensaios próprios da metodologia adotada ou escolhida.

d) Equipamentos

A NBR 17025:2005 diz que “o laboratório deve ser aparelhado com todos os equipamentos para amostragem, medição e ensaio requeridos para o desempenho correto dos ensaios e/ou calibrações (incluindo a amostragem, preparação dos itens de ensaios e/ou calibração, processamento e análise dos dados de ensaio e/ou calibração)”.

De preferência esses dados devem ser registrados em livro de registros, que deve conter quaisquer danos de qualquer natureza, mau funcionamento, modificações ou reparos no equipamento. Equipamentos de laboratório necessitam de determinados itens de controle imprescindíveis para sua correta operação (Figura 2.10).

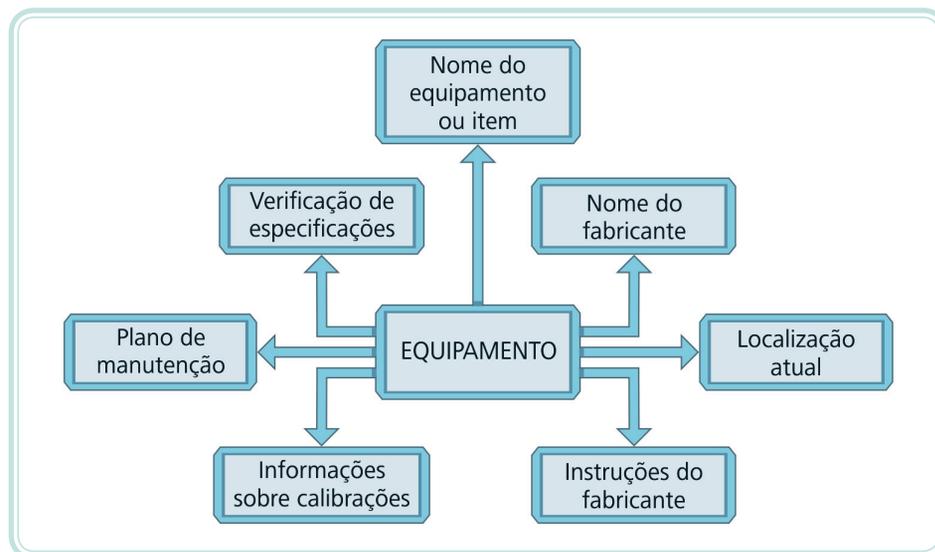


Figura 2.10: Esquema de controle em um equipamento de laboratório

Fonte: CTISM, adaptado de Leite, 2002

e) Rastreabilidade da medição

Dizer que uma medição pode ser rastreada, é o mesmo que dizer que se pode identificar onde ocorreu um erro de método, calibração ou validação quando ele acontece. Isso só é possível se determinados requisitos forem atendidos:

- Calibração.
- Ensaio.
- Padrões de referência.
- Materiais de referência.
- Verificações intermediárias.
- Transporte e armazenamento.

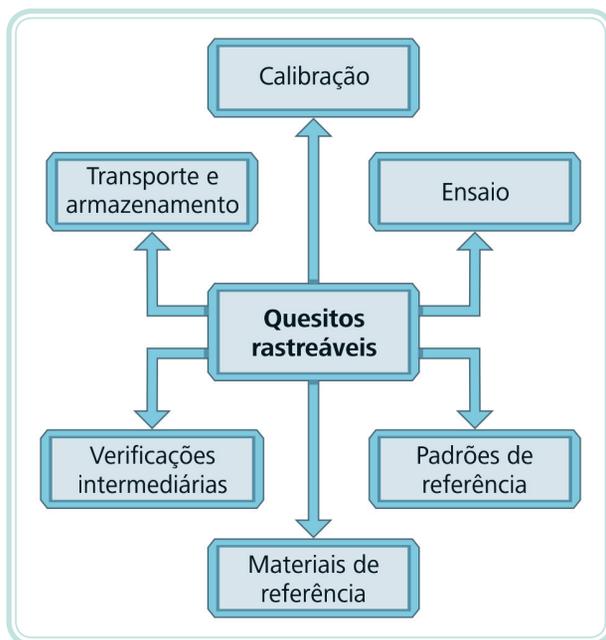


Figura 2.11: Esquema de rastreabilidade em uma medição e/ou ensaio

Fonte: CTISM, adaptado de Leite, 2002

Resumo

Estudaram-se nessa aula: (1) a certificação de qualidade e calibração e (2) os requisitos gerais para competência de laboratórios e validação de métodos, bem como as competências para os laboratórios de ensaio e calibração. Numa segunda parte a exposição da Norma Brasileira NBR 17025 de 2005, que discorre justamente sobre normas elaboradas pela Associação Brasileira de Normas Técnicas, a ABNT, sobre requisitos para competências de laboratórios.



Atividades de aprendizagem

1. Comente a importância da certificação da qualidade.
2. Dê três exemplos de certificação de qualidade ISO.
3. O que se deve entender por interdisciplinaridade?
4. Defina com suas palavras o que é “Boas Práticas de Laboratório” (BPL).
5. Em uma indústria de álcool e açúcar, os métodos usados pelo laboratório devem ser validados?
6. Quais são os tipos de requisitos para competência de laboratórios de ensaio e calibração?

Aula 3 – Equipamentos e operações unitárias em laboratório

Objetivos

Conhecer e interpretar manuais de equipamentos.

Reconhecer e dominar o funcionamento dos principais equipamentos de um laboratório de química.

Conhecer os fundamentos das principais operações unitárias em laboratórios e em indústria.

Conhecer aplicações básicas de transferência de massa, calor e movimento.

3.1 Principais elementos de um manual de equipamento

Em laboratório é comum o uso de instrumentos para medidas das propriedades químicas e físicas de determinada amostra. É a chamada análise instrumental. Para que essas análises possam ser realizadas, o uso de equipamentos específicos comumente utilizados em Química Analítica é imprescindível.

Os princípios que norteiam o funcionamento dos equipamentos, de medidas ou processamento, em um laboratório são basicamente os mesmos para as várias marcas que medem um mesmo parâmetro. Nesse sentido, existem dois tipos de equipamentos para análise: (1) os equipamentos analógicos e (2) os equipamentos digitais.

Para qualquer dos casos é importante o domínio e a capacidade de interpretação das informações contidas nos manuais. O manual é um guia rápido que esquematiza as principais informações pertinentes ao modo como funcionam equipamentos ou instrumentos. Um manual com informações insuficientes, mal especificadas ou incompletas, inviabiliza o uso e a operação imediatos do equipamento.

3.1.1 Itens básicos e indispensáveis em um manual

- Identificação da marca e modelo.
- Instruções de segurança no armazenamento, operação e manuseio.
- Índice ou sumário.
- Desenho das principais partes do equipamento, como: teclas, *display*, entradas, saídas, etc.
- Modo de instalação.
- Modo operacional.
- Informações adicionais.
- Guia rápido de soluções de problemas mais comuns.
- Especificações técnicas (fonte de energia, consumo, comprimento de onda, acessórios, etc.).
- Instruções de garantia.
- Locais de assistência técnica.

3.2 O caderno de laboratório

À medida que a quantidade de parâmetros aumenta, bem como a quantidade de amostras, o número de informações também aumenta na mesma proporção, o que dificulta a memorização de informações assim como anotação dos resultados e detalhes da amostragem e análise.

Os dados não podem ser anotados em qualquer lugar nem descartados após a análise. Para tanto, o caderno de anotações (ou caderno de laboratório) é importante nos trabalhos de laboratório e coleta de amostras (em campo ou em laboratório).

Segundo Skoog et al (2006) o caderno de laboratório é utilizado para o registro de medidas e observações a cerca de uma análise, ele é necessário

também para atualização de informações e prova de resultados analíticos. Suas páginas devem ser numeradas consecutivamente, de preferência à mão, antes de qualquer registro.

O caderno de laboratório serve não apenas para anotação imediata de dados como para registro permanente de resultados anteriores. Desse modo, se o analista por algum momento tiver dúvida com relação ao valor de um parâmetro físico-químico ou com relação à metodologia de análise, poderá recorrer ao caderno para eliminar suas dúvidas.

Para a manutenção do caderno de laboratório, Skoog et al (2006) dá as seguintes dicas:

- O analista deve registrar todos os dados e observações a caneta diretamente no caderno.
- Qualquer registro deve ser antecedido de um cabeçalho ou legenda.
- Cada registro deve ter uma data.
- Um registro ou informação incorretas nunca devem ser apagados ou modificados. Para qualquer alteração de dado incorreto, deve-se riscá-lo com uma linha horizontal única e colocar a informação correta o mais proximamente possível.
- Jamais se deve remover nenhuma página do caderno de laboratório.

No caderno de laboratório é comum anotarem-se dados como (SKOOG, 2006):

- Título do experimento.
- Enunciado resumido dos princípios da análise.
- Resumo completo de dados de procedimentos executados na análise (por exemplo: dados de pesagem, transferência de volume, resposta instrumental, etc.).
- Comentário sobre o melhor valor de resultado e sua precisão.
- Equações sobre as principais reações, etc.

3.3 Principais equipamentos de um laboratório e princípios de funcionamento

Os equipamentos de um laboratório de análises físico-químicas ou biológicas vão, desde a mais simples vidraria até os equipamentos mais modernos e caros como os de ressonância magnética nuclear.

Os aparatos de laboratório para análises podem executar medidas presentes em domínios: elétricos e não elétricos. Quando uma característica física-química (domínio não elétrico) é medida, e suas propriedades convertidas em um sinal elétrico, dizemos que há uma interconversão de domínios em que uma característica de domínio não elétrico é convertida em uma característica de domínio elétrico.

Exemplo

Uma cubeta contendo uma solução de sulfato de cobre de coloração azul é colocada na câmara de leitura de um espectrofotômetro, no interior desse espaço uma luz é emitida por uma fonte de energia (que pode ser uma lâmpada de deutério). Essa luz incide e atravessa a solução colorida de sulfato de cobre e chega a um detector, que converte a intensidade da luz captada em um sinal elétrico. Neste caso a solução colorida de sulfato de cobre está dentro de um domínio não elétrico, e a luz captada pelo detector do aparelho e sua conversão em sinal elétrico está dentro de um domínio elétrico.

Os princípios de funcionamento dos equipamentos de laboratório são baseados nas propriedades físicas e químicas da matéria, e é nessas propriedades que os métodos instrumentais se baseiam. O Quadro 3.1 apresenta as propriedades físicas e químicas que são comumente utilizadas pelos métodos instrumentais.

Quadro 3.1: Propriedades físicas e químicas empregadas pelos métodos instrumentais

Propriedades características	Métodos instrumentais
Emissão de radiação	Espectroscopia de emissão, fluorescência, fosforescência e luminescência (raios X, UV, visível, eletrônica, etc.).
Absorção de radiação	Espectrofotometria e fotometria, espectroscopia fotoacústica, ressonância nuclear magnética e espectroscopia de ressonância de <i>spin</i> eletrônico.
Espalhamento de radiação	Turbidimetria, nefelometria, espectroscopia Raman.
Refração de radiação	Refratometria, interferometria.
Difração de radiação	Métodos de difração de raios X e de elétrons.
Rotação de radiação	Polarimetria, dispersão óptica rotatória, dicroísmo circular.
Potencial elétrico	Potenciometria, cronopotenciometria.

Propriedades características	Métodos instrumentais
Carga elétrica	Coulometria.
Corrente elétrica	Amperometria, polarografia.
Resistência elétrica	Condutometria.
Massa	Gravimetria (microbalança de quartzo).
Razão massa/carga	Espectrometria de massas.
Velocidade de reação	Métodos cinéticos.
Características térmicas	Gravimetria e titulometria térmicas, calorimetria diferencial de varredura, análise térmica diferencial, métodos condutométricos térmicos.
Radioatividade	Métodos de ativação e de diluição isotópica.

Fonte: Holler et al, 2009

Por causa dessas características físicas e químicas, os instrumentos e equipamentos de laboratório são criados e desenvolvidos. O Quadro 3.2 apresenta alguns dos principais instrumentos utilizados rotineiramente em laboratórios de análises físico-químicas e biológicas, neste quadro os instrumentos estão dentro do domínio de dados elétricos.

Obviamente, os laboratórios também trabalham com equipamentos cujo domínio de dados são não-elétricos, tais como as buretas, pipetas, refratômetro analógico, etc. Normalmente os métodos clássicos de análises são de domínio não elétrico, onde os elementos de informação são as propriedades físico-químicas, posição do ponteiro e escala de medida do instrumento.

Quadro 3.2: Alguns exemplos de componentes de instrumentos

Instrumento	Fonte de energia	Informação analítica
Fotômetro	Lâmpada de tungstênio	Feixe de luz atenuado
Espectrômetro de emissão atômica	Plasma induzido por acoplamento	Radiação UV ou visível
Coulômetro	Fonte de corrente contínua	Carga requerida para reduzir ou oxidar um analito
pHmetro	Amostra/eletrodo de vidro	Atividade do íon hidrogênio
Espectrômetro de massas	Fonte de íons	Razão massa/carga
Cromatografia gasosa com ionização em chama	Chama	Concentração de íons vs tempo
Turbidímetro	Lâmpada de tungstênio	Feixe de luz espalhado (ou desviado)

Fonte: Holler et al, 2009

Obviamente existem outras dezenas de equipamentos em laboratórios, cujos princípios de funcionamento e domínio de dados são muito semelhantes a esses.

3.3.1 Princípios de funcionamento de alguns equipamentos de laboratório

3.3.1.1 Balança analítica e semianalítica

As primeiras balanças se assemelhavam a dois pratos pendurados nas extremidades de uma haste, como na Figura 3.1. A balança é um instrumento de medida que é utilizado para medir a massa dos corpos. Logo, é incorreto dizer que se está pesando um objeto. Na verdade, o que a balança faz é medir a massa de um determinado corpo, o que não impede que, de posse do valor da massa de um corpo, possa se calcular o valor do peso do corpo através da Equação 3.1.

Equação 3.1

$$P = m \times g$$

Onde: m é a massa do corpo

g é a aceleração da gravidade



Figura 3.1: Balança de dois pratos, note a simplicidade das primeiras balanças

Fonte: http://pt.wikipedia.org/wiki/Ficheiro:Kr%C3%A11sna_H%C3%B4rka_43.JPG

A unidade para massa no Sistema Internacional de Unidades, SI, é o kg (quilograma). E a unidade de Peso é o N (Newton) ou kgf (quilograma força). As balanças antigas davam o valor da massa por comparação, ou seja, colocava-se um objeto de peso conhecido numa extremidade e na outra extremidade colocava-se o objeto de que se desejava saber o valor da massa, e, por comparação, a massa do objeto era determinada.

Hoje, as modernas balanças usam dispositivos eletrônicos para medição, onde se encontram circuitos integrados, microprocessadores, etc.

Em um laboratório de química, a balança se destina a pesagem de:

- Reagentes para preparo de soluções.
- Amostras para análise química.
- Objetos cujos valores das massas devem ser exatamente conhecidos.

A operação unitária utilizada no uso da balança é a **transferência de massa**. Isso significa que, para que a operação seja bem realizada, a transferência deve ser **quantitativa**, ou seja, toda massa contida em um objeto deve ser 100% transferida para o prato da balança para que se meça a massa desejada.

3.3.1.2 Maneiras de se classificar balanças

Classificam-se as balanças pelo dispositivo de funcionamento.

a) Classificação quanto ao tipo de balança utilizada

As balanças são classificadas de acordo com sua precisão, que vai desde uma precisão pequena, em balanças mais rústicas, até alta precisão em balanças analíticas, que podem chegar a medir massas com até 6 casas decimais de precisão, veja na Figura 3.2 uma balança analítica de precisão. Quanto ao tipo, as balanças são classificadas em:

Analíticas – são balanças de extrema precisão, destinadas à medição de massas sob condições ambientais específicas onde todas as condições de medição são controladas: ventilação, umidade, estabilidade de rede elétrica, vibração. São balanças que normalmente medem quantidades muito pequenas de massas.

Semianalíticas – são balanças de precisão, porém, menor do que as analíticas. Normalmente esse tipo de balança tem 3 casas decimais de precisão, ao contrário das analíticas que possuem 4 ou mais casas decimais.

De precisão – são balanças com boa precisão, normalmente tem 2 casas decimais. São menos precisas do que as balanças analíticas. Possui uma capacidade líquida de pesagem maior do que as balanças analíticas na maioria dos casos. Isso significa que este tipo de balança mede maior quantidade de massa do que as balanças analíticas, porém com menor precisão.

Industriais – são balanças destinadas à medição de cargas muito pesadas, tais como balanças em linha de produção.

Rodoviárias – são balanças destinadas à medição da massa de veículos em trânsito, tais como aquelas encontradas nos postos da Polícia Rodoviária. São balanças feitas para medir grandes quantidades de massas.

Em laboratórios e nas indústrias farmacêuticas é mais comum o uso das balanças analíticas, semianalíticas e de precisão (Figura 3.2).



Figura 3.2: Balança analítica de precisão

Fonte: <http://pt.wikipedia.org/wiki/Ficheiro:Balance-NaCl-1mol.jpg>

b) Classificação pelo dispositivo de funcionamento

Quanto ao princípio e aos dispositivos de funcionamento, as balanças podem ser classificadas como:

Mecânicas – este tipo de balança tem dispositivos de funcionamento com elementos totalmente mecânicos. Nesse caso, a interface de medida normalmente é analógica e o acionamento e deslocamento de carga na balança são totalmente mecânicos, ou seja, sem dispositivos eletrônicos ou elétricos. São dispositivos mecânicos dessas balanças: molas, cabos tensores, hastes rígidas, componentes hidráulicos, pneumáticos etc.

Eletrônicas – os dispositivos de acionamento, deslocamento, medida e interface de leitura são constituídos por elementos eletrônicos. Fazem parte destes elementos: células de carga, circuitos integrados, microprocessadores, etc.

Híbridas – neste caso, temos balanças cujos elementos de funcionamento são um misto de componentes eletrônicos e mecânicos.

c) Como funciona uma balança analítica eletrônica?

1º passo – a massa a ser medida deve ser colhida com a ajuda de uma espátula, normalmente feita de aço inoxidável, e cuidadosamente colocada em um béquer ou vidro de relógio já posicionado e tarado na balança. Se for um objeto sólido (como um cadinho ou béquer, por exemplo), este deve ser colocado sobre o prato da balança com ajuda de uma pinça.

2º passo – se um reagente estiver sendo medido, deve ser colocado até que o peso desejado seja visualizado no *display* da balança. A massa de reagente deve ser colocada vagarosamente para que se dê o tempo necessário para a célula de carga atingir a compressão correspondente à massa do reagente que se está medindo.

3º passo – o sinal elétrico produzido pela compressão exercida no prato da balança é enviado a um microprocessador que o interpreta.

4º passo – o microprocessador envia a leitura a um *display* (mostrador) que exhibe a massa calculada pelo equipamento.

Todo objeto que é medido no ar atmosférico desloca uma determinada quantidade de ar que é conhecida como **empuxo**. Quando isso ocorre a massa aparente do objeto é menor que a massa real de uma quantidade igual à massa do ar deslocado. Como então medir a massa de um objeto sem a interferência do ar? A massa real de um objeto ou reagente é a massa medida no vácuo. A Equação 3.2 mostra uma fórmula simples para correção dessa interferência, se não for medida no vácuo.

Equação 3.2

$$m = \frac{m' \left(1 - \frac{d_a}{d_w}\right)}{\left(1 - \frac{d_a}{d}\right)}$$

Onde: m é a massa

m' é a massa aparente

d_a é a massa específica do ar

d_w é a massa específica dos pesos

d é a massa específica do objeto a ser pesado

3.3.2 Centrífugas

Uma operação unitária muito comum em laboratório é a separação física de uma mistura heterogênea onde se separa uma fase sólida de uma fase líquida. O equipamento de laboratório utilizado para isso são as **centrífugas**.

O princípio de funcionamento é simples: coloca-se a mistura de que se deseja separar a fase sólida da líquida em pequenos tubos, normalmente de plástico dispostos nas extremidades de um braço fixo em uma haste central. Os tubos devem ser colocados com o mesmo peso nas posições opostas das hastes para evitar vibração excessiva da haste central e quebra do equipamento. Após o posicionamento dos tubos nas hastes, o analista ajusta a velocidade de rotação da haste na velocidade desejada e liga o equipamento que começa a girar junto com os tubos fixados.

A força centrífuga exercida pelo movimento rotacional do equipamento força a fase sólida a se depositar no fundo dos tubos de plástico. Dessa forma a fase sólida se separa da líquida e então o analista verte o tubo e coleta a fase líquida, que normalmente é o que interessa ao operador. Em química este tipo de equipamento é muito utilizado após operações de precipitação química conduzida em laboratório, nas aulas de química analítica. A operação unitária que baseia o funcionamento das centrífugas é a transferência de movimento com precipitação da fase mais pesada (sólida na maior parte dos casos).

As Figuras 3.3a e 3.3b mostram alguns modelos de centrífugas existentes no mercado.



Figura 3.3: (a) Modelo comum de centrífuga e (b) modelo mais moderno de centrífuga

Fonte: (a) autores

(b) http://bifi.es/infrastructures/biochemistry/img/centrifuga_placas.jpg

3.3.3 Fornos, estufas e muflas

Muitas das operações feitas em laboratório são conduzidas a quente. Para isso utiliza-se equipamentos específicos chamados fornos e muflas. Seu princípio de funcionamento baseia-se na transferência de calor, onde normalmente é produzido por resistências elétricas. É comum em laboratórios fornos a gás e elétricos. As muflas em especial alcançam grandes temperaturas, e são utilizadas para fusão ou aquecimento em alta temperatura. Os fornos normalmente alcançam temperaturas menores e são utilizados para remoção de teor de umidade na superfície dos materiais.

As estufas normalmente trabalham com temperaturas bem mais baixas que os fornos e muflas e, na maioria das vezes, são utilizados para análises microbiológicas onde as temperaturas tem que ser controladas com mais rigor.

Há um tipo especial de forno, chamado **forno de grafita**. É utilizado na espectroscopia atômica. Seu princípio de funcionamento baseia-se no aquecimento elétrico para atomização de amostras na emissão atômica. Esses fornos podem alcançar temperaturas que variam de 90 a 2550°C, trabalham com uma atmosfera inerte de argônio (Ar) para evitar a oxidação da grafita à alta temperatura. Podem ser utilizados para análise de ferro em amostras. Há fornos de grafita que possuem apenas 38 mm de comprimento. Há grandes fornos com vários litros de capacidade até estes pequenos fornos de grafita de apenas 38 mm. A Figura 3.4 mostra um forno de grafita.

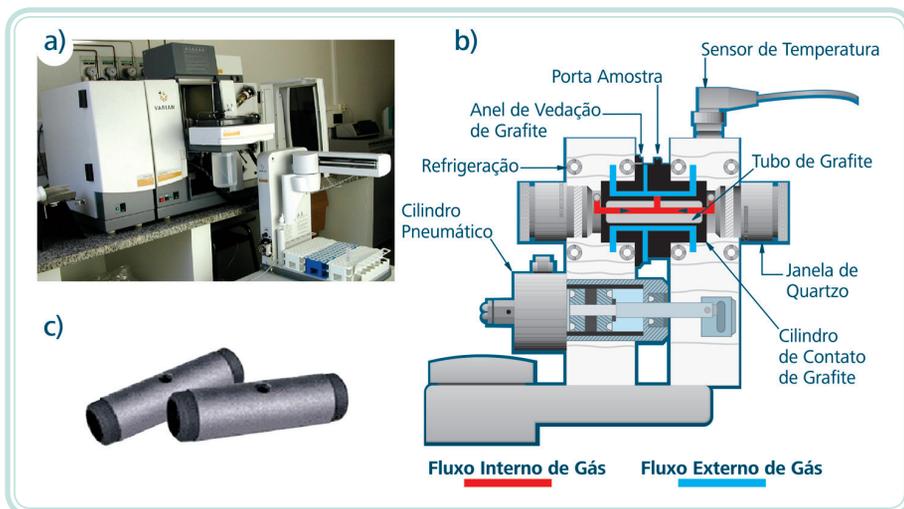


Figura 3.4: (a) Um forno de grafita comercial, (b) uma figura esquemática de como funciona um forno de grafita e (c) forno de grafita propriamente dito

Fonte: (a) <http://www.comcap.uem.br/img/foto/CAM/06.jpg>

(b) <http://www.scielo.br/img/fbpe/ce/v47n303/6593f2.gif>

(c) http://www.plasmatronics.com.br/images/Forno_grafite.jpg

3.3.4 Dessecador

Em muitas análises químicas, reagentes ou precipitados são secos em estufa a 110°C para eliminar a umidade superficial (alguns produtos químicos podem precisar de outras temperaturas). Após essa operação é necessário manter o material protegido da umidade ambiente. Para isso utilizamos um equipamento muito comum em laboratório chamado dessecador.

O dessecador é um recipiente, normalmente de vidro, fechado hermeticamente com um rebaixo no fundo onde se apoia um prato de porcelana perfurado. Abaixo do prato de porcelana é colocado um agente de secagem conhecido como **dessecante**. A alguns dessecadores pode ser adaptado um sistema de vácuo de modo que ele se torne mais eficiente. Para manter o equipamento fechado hermeticamente a tampa é engraxada com vaselina.

O funcionamento dos dessecadores baseia-se na transferência de massa por adsorção, em que há a passagem de uma massa de água da atmosfera e do material contido no dessecador para o agente dessecante. O Quadro 3.3 traz os valores de eficiência de alguns agentes dessecantes.

Quadro 3.3: Eficiência de agentes dessecantes		
Agente	Fórmula	Água residual na atmosfera (μg de $\text{H}_2\text{O}/\text{L}$)
Perclorato de magnésio anidro	$\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$	0,2
"Anidrona"	$\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 1 - 1,5\text{H}_2\text{O}$	1,5
Óxido de bário	BaO	2,8
Alumina	Al_2O_3	2,9
Pentóxido de fósforo	P_2O_5	3,6
Sulfato de cálcio (Drierita)	CaSO_4	67
Sílica gel	SiO_2	70

Fonte: Harris, 2008

3.3.5 Vidrarias usadas em laboratórios de química

Nas várias operações unitárias realizadas em um laboratório de química, utilizamos vários tipos de vidrarias e acessórios, onde é importante entendermos os princípios que norteiam o seu funcionamento.

As vidrarias mais utilizadas e mais importantes nos laboratórios de química são:

- a) Balões volumétricos.
- b) Pipetas volumétricas e graduadas.

- c) Erlenmeyers.
- d) Provetas.
- e) Béquers.
- f) Cadinhos.
- g) Cápsula de porcelana.
- h) Condensador.
- i) Almofariz com pistilo.
- j) Balão de fundo redondo.
- k) Tubo de ensaio.
- l) Kitassato.
- m) Funil de separação, etc.

Em função da importância destas vidrarias em laboratório, e na sua extensa utilização, descreveremos sucintamente cada uma delas, em relação às operações unitárias a que servem e processos químicos em que são utilizadas.

3.3.5.1 Descrição das vidrarias

a) Balões volumétricos

Balões volumétricos (Figura 3.5) são equipamentos de laboratório destinados ao preparo de soluções. São calibrados de modo a conter determinado volume de solução a 20°C. Sua silhueta em forma de uma garrafa com um grande gargalo permite a marcação de um traço de aferição no próprio gargalo, onde o menisco do líquido que ele contém deve ser observado. A operação unitária que norteia a utilização dos balões volumétricos é a transferência de massa no preparo de soluções, no caso da utilização de balões de vidro, deve-se perceber o processo de adsorção de traços de substâncias químicas em suas paredes internas.

A maioria dos balões são calibrados e gravados com uma identificação do tipo **TC 20°C**, o que significa que o balão foi calibrado para conter o volume da solução quando a temperatura for de 20°C.



TC significa: *To Contain*.
Marcar vidrarias destinadas para avolumar e conter determinado volume.

TD significa: *To Delivery*.
Marcar vidrarias destinadas para transferir determinadas quantidades de líquidos.

Os balões podem ser construídos em vidro ou plástico. A escolha do material vai depender da necessidade do experimento a ser realizado. Pela característica do vidro em adsorver traços de substâncias químicas, dependendo da análise que se vai executar utilizam-se balões de polipropileno. Este tipo de balão é projetado para análise de traços (concentrações de partes por bilhão). Outra situação em que se usam os balões de polipropileno ao invés de vidro é quando se trabalha com preparo de soluções de ácido fluorídrico que ataca o vidro de forma severa.



Figura 3.5: Balões volumétricos de vários volumes

Fonte: <http://static.infoescola.com/wp-content/uploads/2010/06/balao-volumetrico.jpg>

b) Pipetas volumétricas e graduadas

Pipetas (Figura 3.6) são tubos longos, construídos normalmente em vidro, utilizados para transferir volumes conhecidos de líquidos. Há dois tipos de pipetas: as volumétricas e as graduadas.

Nas pipetas volumétricas, um volume fixo de líquido é transferido, nas pipetas graduadas um volume variável de líquidos é transferido. A última gota de líquido que fica na ponta da pipeta, quando o líquido é inteiramente transferido não deve ser drenada e, portanto, não deve ser soprada.

As pipetas são normalmente construídas de vidro. Nelas é gravado a sigla **TD** que significa “*To Delivery*”, do inglês “Para Transferir”. As pipetas de Classe A são as mais precisas, assim como os balões volumétricos. Existem pipetas de polipropileno que são utilizadas quando se deseja trabalhar com quantidades **traço**, ou quando o líquido que se vai transferir não for compatível com o vidro (normalmente o ácido fluorídrico).

A-Z

traço

Quantidade suficientemente pequena mas possível de ser determinada.

Hoje há pipetas automáticas ou micropipetas ajustáveis extremamente precisas e com excelente qualidade. Entretanto, seu alto custo deve ser avaliado pelo analista com relação à sua viabilidade de uso nas análises químicas.

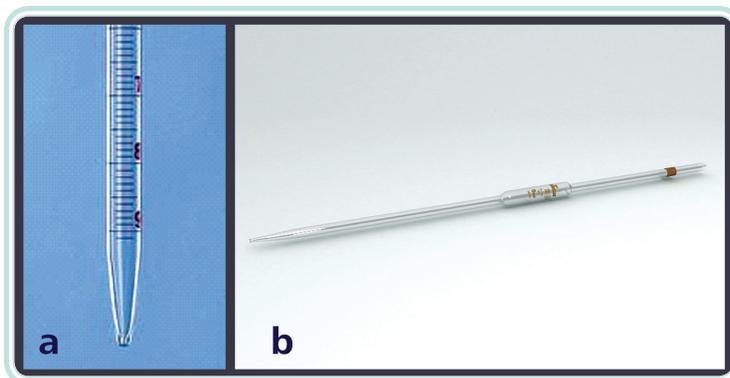


Figura 3.6: Pipetas (a) graduada e (b) volumétrica

Fonte: (a) http://www.vidrado.com/wp-content/uploads/2010/08/PIPETA_GRADUADA.jpg

(b) http://www.carvalhaes.net/trunfo/site/_resources/_upload/_produto/184.050_pipeta-volumetrica-classe-a-esg-total-1-traco-cap-50ml_1301450753.jpg

c) Erlenmeyers

Os erlenmeyers (Figura 3.7) são utilizados em titulações, aquecimento de líquidos e para dissolver substâncias e proceder reações entre soluções. São normalmente construídos em vidro de borossilicato. Possuem volumes variados que podem ir de 125 mL até 2000 mL. Seu formato cônico permite que a titulação seja feita sem perda de massa, o que torna a titulação precisa. Não possuem precisão, na verdade, os erlenmeyers não são feitos para conter nem para transferir volumes, eles somente processam reações químicas e aquecimentos em experimentos.



Figura 3.7: Erlenmeyers de tamanhos variados

Fonte: <http://cervejartesanal.com/images/erlenmeyer%20500%20ml.jpg>

d) Provetas

Servem para medir e transferir volumes de líquidos. Não possuem grande precisão. São normalmente feitas em vidro e não podem ser aquecidas. Há também provetas de plástico (polipropileno) para conter volumes de líquidos que normalmente atacariam o vidro, tais como soluções fortes de NaOH ou de ácido fluorídrico. Veja na Figura 3.8 provetas de vários tamanhos.



Figura 3.8: Provetas de tamanhos e formatos variados

Fonte: <http://www.mocho.pt/local/local/imagens/quimica/laboratorio/provetas.jpg>

e) Béquers

São utilizados para fazer reações entre soluções, dissolver substâncias sólidas, efetuar reações de precipitação e aquecer líquidos. Podem ser aquecidos sobre a tela de amianto. São normalmente construídos em vidro de borossilicato, mas podemos encontrar béquers de polipropileno para conduzir reações ou conter líquidos que atacam severamente o vidro ou para conduzir reações em quantidades traço.

É notável a quantidade de operações unitárias e processos químicos que podem ser conduzidos com frasco tão simples como o béquer (Figura 3.9). Podemos dizer que esta vidraria é uma das mais versáteis de um laboratório de química.

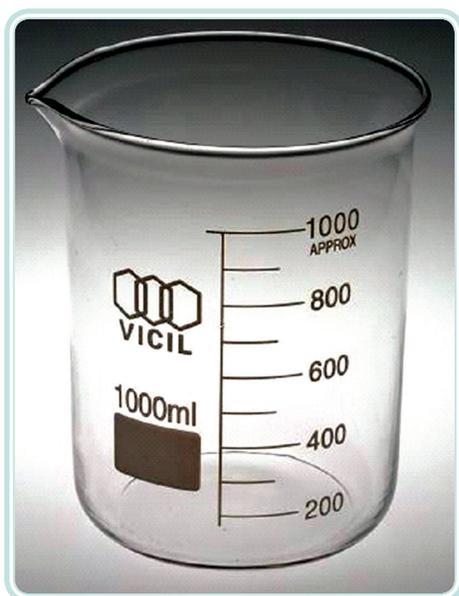


Figura 3.9: Béquer de vidro

Fonte: <http://www.casaamericana.com.br/images/Bequer%201%20lt%20VICIL.JPG>

f) Cadinhos

São recipientes, geralmente de porcelana, utilizados para aquecer substâncias a seco, com grande intensidade, por isso podem ser levados diretamente ao bico de bunsen ou à mufla. Os cadinhos podem ser feitos de platina ou de platina e ouro. Esse tipo de cadinho é utilizado quando se quer conduzir uma fusão ou aquecimento em recipiente inerte, ou seja, que não sofra oxidação nem ataque químico pela substância que se está aquecendo. É caro e seu uso deve ser comedido. Os cadinhos (Figura 3.10) possuem, em geral, formato aproximadamente cônico com fundo menor que a abertura na parte superior, diferentemente do erlenmeyer. Alguns cadinhos podem possuir tampa.

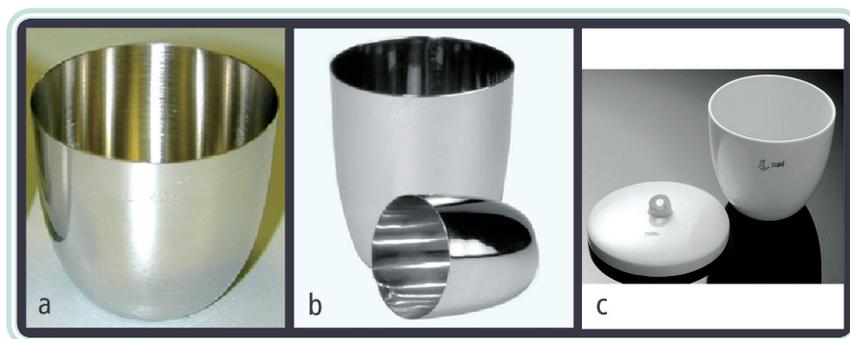


Figura 3.10: Cadinhos de (a) ouro e platina, (b) platina e (c) porcelana

Fonte: (a) http://img.alibaba.com/photo/108833020/Platinum_Crucible.jpg

(b) <http://pt.exportpages.com/picture/1c347c71-5b4c-41f5-a7d6-c65a4258e080.jpg>

(c) <http://www.casaamericana.com.br/images/Cadinho%20porc%2070%20ml%20VICIL.JPG>

g) Cápsulas de porcelana

Peça de porcelana usada para evaporar líquidos de soluções, e na operação de transferência de calor. Normalmente utilizada para transformar sólidos em líquidos, e sólidos totais (Figura 3.11).



Figura 3.11: Cápsula de porcelana

Fonte: http://www.carvalhaes.net/trunfo/site/_resources/_upload/_produto/355.070_capsula-de-evaporacao-em-porc-50ml-diam-70mm_1301443697.jpg

h) Condensador

Utilizado na destilação, serve para condensar vapores gerados pelo aquecimento de líquidos. São construídos em vidro de borossilicato e possuem formatos variados. Há quatro tipos de condensadores:

Condensador de Liebig ou de tubo reto (Figura 3.12) – utilizado para destilações simples onde o ponto de ebulição dos líquidos que se quer separar deve ser bem diferente, ou é utilizado para separar misturas homogêneas de sólidos e líquidos, tal como cloreto de sódio e água. Separações de líquidos como o álcool e água não são possíveis por este tipo de condensador, por causa dos pontos de ebulição do álcool e da água que são muito próximos.



Figura 3.12: Condensador de Liebig

Fonte: <http://www.casaamericana.com.br/images/CONDENSADOR%20RETO%20COM%202%20JUNTAS.JPG>

Condensador de Friedrich ou helicoidal – este tipo de condensador é bastante eficiente, se comparado ao condensador de Liebig. A condensação é mais eficiente pela área de superfície mais eficaz, por causa de seu formato espiralado que permite o resfriamento não só pela água de resfriamento, mas também pela parede interior da carcaça cilíndrica. A Figura 3.13 apresenta o esquema interno desse tipo de condensador.

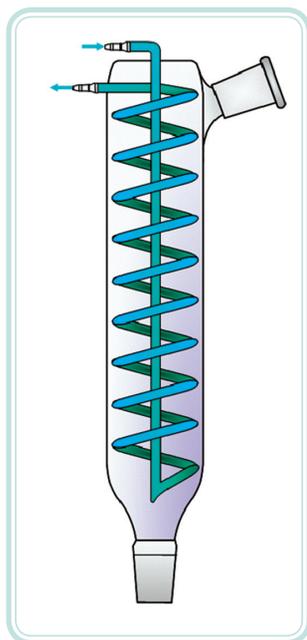


Figura 3.13: Condensador de Friedrich

Fonte: http://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/a/a3/Friedrich_condenser.png

Condensador Alihn ou de bolas (Figura 3.14) – utilizado para condensação em refluxo (destilação em refluxo contínuo).



Figura 3.14: Condensador de Alihn ou de bolas

Fonte: <http://www.casaamericana.com.br/images/CONDESADOR%20BOLA%20COM%202%20JUNTAS.JPG>

Condensador de Vigreux ou de coluna de fracionamento – este tipo de condensador (Figura 3.15) possui uma série de recortes internos que apontam para o centro da coluna, aumentando assim sua área de superfície e a eficiência na destilação. Esse tipo de condensador, ao contrário do condensador de Liebig, permite a separação de líquidos com ponto de ebulição próximo, como o da água e o do álcool. Por causa de sua complexidade, este tipo de condensador costuma ser mais caro.



Figura 3.15: Condensador de Vigreux ou de fracionamento

Fonte: Adaptado de http://img.alibaba.com/photo/248116313/Vigreux_Column_Distilling_.jpg

i) Almofariz com pistilo

Este tipo de vidraria serve para operação unitária de cominuição e pulverização de sólidos (também podemos dizer trituração) em análises químicas. Esses sólidos podem incluir amostras ou reagentes que não estejam finamente divididos. São normalmente construídos de porcelana.

O almofariz (Figura 3.16) também é conhecido como gral ou morteiro.



Figura 3.16: Almofariz de porcelana com pistilo

Fonte: <http://www.casaamericana.com.br/images/Gral%20porc%20com%20pistilo%20VICIL.JPG>

j) Balão de fundo redondo

É uma vidraria utilizada principalmente em sistemas de refluxo e evaporação a vácuo. O balão (Figura 3.17) é acoplado a um evaporador ou manta elétrica. É construído em vidro de borossilicato e suporta temperaturas de aproximadamente 300°C.

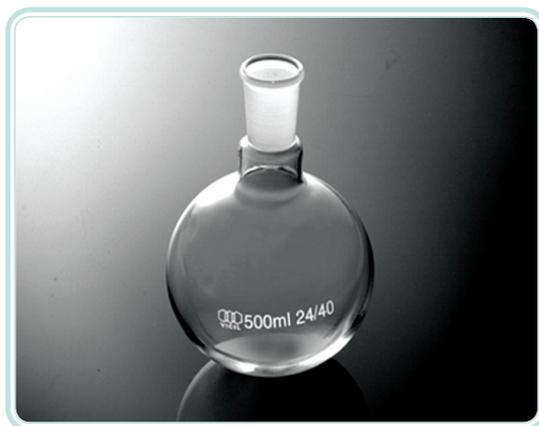


Figura 3.17: Balão de fundo redondo

Fonte: <http://www.casaamericana.com.br/images/BALAO%20FUNDO%20CHATO%20COM%20JUNTA%20ESM...JPG>

k) Tubo de ensaio

Empregado para fazer reações em pequena escala, principalmente em testes de reação em geral. Pode ser aquecido com movimentos circulares e com cuidado, diretamente sob a chama do bico de bunsen. É construído em vidro de borossilicato, porém é mais frágil que os béqueres, devendo se tomar os cuidados necessários com segurança. Possui o formato cilíndrico e comprido de modo que a reação pode ser conduzida sem maiores problemas de segurança. A Figura 3.18 apresenta uma imagem do tubo de ensaio.



Figura 3.18: Tubos de ensaio

Fonte: <http://www.casaamericana.com.br/images/Tubo%20de%20ensaio.JPG>

l) Kitassato

Utilizado em conjunto com o funil de buchner em filtrações a vácuo. É construído em vidro de borossilicato, com paredes espessas de modo a proporcionar grande resistência à pressão negativa feita pelo vácuo. Utilizado para operação unitária de filtração a vácuo, ou seja, para separação de fases heterogêneas (Figura 3.19).

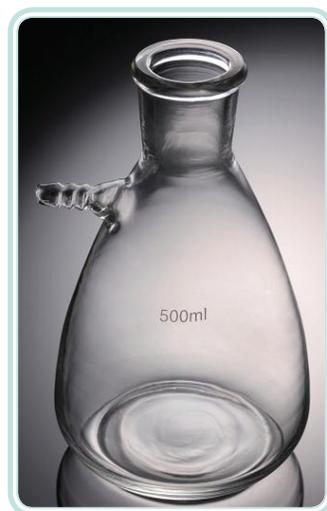


Figura 3.19: Kitassato de borossilicato

Fonte: <http://www.casaamericana.com.br/images/Kitazato%201000%20ml.JPG>

m) Funil de separação ou funil de decantação

Utilizado na separação de líquidos não miscíveis e na extração líquido/líquido. É muito utilizado na separação de água e do óleo em experimentos de laboratório, é também muito utilizado na análise química de ouro em minerais. A operação unitária que norteia o funcionamento desse aparato é a decantação por diferença de polaridade onde a fase dos líquidos não miscíveis se separam por diferença na densidade. A fase mais densa fica no fundo e é escoada por uma torneira, normalmente de teflon. Observe a Figura 3.20.



Figura 3.20: Funil de separação ou funil de decantação

Fonte: <http://www.ufpe.br/petquimica/imagens/vidra/funildecantacao.jpg>

3.3.6 Espectrofotômetros e cromatógrafos

Muitas vezes, as análises químicas clássicas, como a volumetria (ou titrimetria), não possuem a precisão necessária para a determinação das quantidades de um analito. Se isso ocorrer, recorre-se à análise instrumental.

Na análise instrumental, temos mais recursos em relação às análises clássicas e com precisão muito maior, precisão que permite análises de analitos em quantidades traço (ppb – partes por bilhão) como é o caso da cromatografia.

Para esse tipo de análise, utilizamos dois equipamentos:

a) Espectrofotômetros.

b) Cromatógrafos.

3.3.6.1 Princípios que norteiam os espectrofotômetros e os cromatógrafos

a) Espectrofotômetros

Espectrofotômetros são equipamentos de laboratório que funcionam através da emissão de radiação. Essa radiação é emitida por uma fonte de luz que normalmente é uma lâmpada de deutério ou de tungstênio. Um monocromador trata de separar em pequenos intervalos de comprimento de onda a fonte de luz emitida pela lâmpada de deutério ou tungstênio.

Na verdade esse monocromador é constituído de uma fenda de entrada, de um prisma (que é um elemento de dispersão) e uma fenda de saída. Nesse ponto a energia radiante foi separada em vários pequenos comprimentos de onda que se assemelham a um arco íris. A fenda de saída trata de selecionar o comprimento de onda que deve passar por ela e chegar até a amostra.

Ao passar pela fenda de saída, o comprimento de onda desejado chega até a amostra que está contida em um pequeno recipiente conhecido como **cubeta**. As cubetas são construídas normalmente de vidro altamente polido e transparente. Quando se quer trabalhar com comprimentos de onda na faixa do ultravioleta, usam-se cubetas de quartzo que permitem a passagem deste tipo de comprimento de onda.

Ao passar pela amostra contida na cubeta, parte do comprimento de onda é absorvido por esta. O restante do comprimento de onda que atravessa a amostra sem ser absorvido atinge um detector que mede a intensidade de energia radiante que sobrou. Assim é o princípio de funcionamento de um espectrofotômetro. Veja a Figura 3.21.

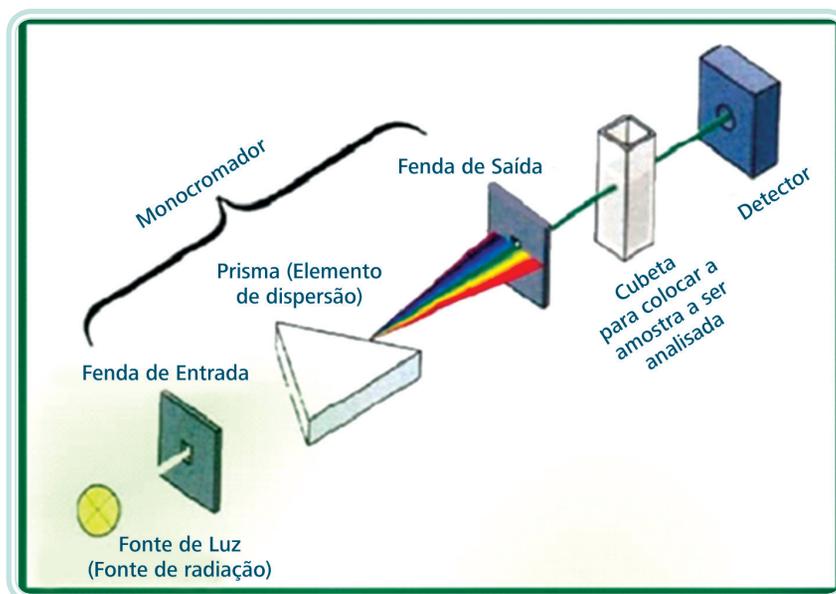


Figura 3.21: Esquema de funcionamento de um espectrofotômetro

Fonte: <http://static.infoescola.com/wp-content/uploads/2010/07/esquemaespectrofotometro.jpg>

Existem basicamente dois tipos de espectrofotômetros:

- Feixe simples.
- Feixe duplo.

Os de feixe simples são menos eficientes e precisos do que os de feixe duplo. Os aparelhos de feixe simples não são adequados para medidas de absorbância em experimentos de cinética química, pois tanto a fonte de radiação quanto o detector apresentam pequenas variações. Nesse caso, devemos usar o de feixe duplo.

A Lei da Física em que se baseiam os espectrofotômetros é a Lei de Beer-Lambert. A Equação 3.3 mostra como é a aplicação matemática da Lei de Beer-Lambert, conhecida como Lei de Beer. Nela vemos que a concentração da amostra é diretamente proporcional à absorbância.

Equação 3.3

$$A = \epsilon \times b \times c$$

Onde: A é a absorbância
 ϵ (*epsilon*) é a absorvidade molar
b é o caminho ótico
c é a concentração da amostra

A absorbância é uma grandeza adimensional.

A Figura 3.22 mostra um espectrofotômetro comercial.

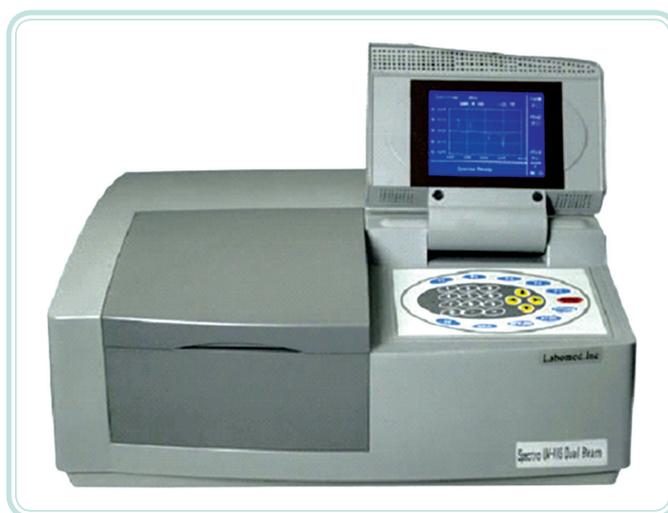


Figura 3.22: Espectrofotômetro UV/visível

Fonte: <http://www.biogen.es/biogenshop/catalog/images/labomed/UVS27002800.jpg>

b) Cromatógrafos

Os equipamentos conhecidos como **cromatógrafos** baseiam-se nas técnicas de separação analítica como princípios de funcionamento.

Esse método instrumental de análise é muito sensível, eficiente e preciso. Pode detectar analitos da ordem de ppb, ou seja, da ordem de 10^{-9} gramas. O método onde se usam os cromatógrafos é conhecido como **cromatografia**.

A cromatografia é baseada nos princípios da extração onde duas fases são colocadas em contato, em que uma das fases é mantida fixa enquanto a outra fase se desloca por uma coluna de extração.

A fase que se desloca é chamada fase móvel em que o solvente se desloca através da coluna. Em cromatografia essa fase móvel pode ser líquida ou gasosa. Daí os nomes **cromatografia líquida de alta eficiência** e **cromatografia gasosa**. A fase que se mantém fixa é chamada **fase estacionária**, ou seja, aquela que fica fixa dentro da coluna. O material de que é construída a fase estacionária, normalmente é um líquido viscoso ligado quimicamente ao interior de tubo muito fino conhecido como tubo capilar, ou então, sobre a superfície de partículas sólidas empacotadas dentro da coluna.

Termos conhecidos em cromatografia:

Eluente – fluido que entra na coluna cromatográfica.

Eluato – fluido que emerge ao final da coluna cromatográfica.

Eluição – processo de passagem de um líquido ou gás por uma coluna cromatográfica.

As colunas podem ser empacotadas ou capilares. Baseando-se nisso a cromatografia é dividida com base no mecanismo de interação entre soluto e a fase estacionária. Assim, temos:

- a) Cromatografia de adsorção.
- b) Cromatografia de partição.
- c) Cromatografia de troca iônica.

d) Cromatografia de exclusão molecular.

e) Cromatografia de afinidade.

O princípio de funcionamento de uma análise cromatográfica (Figura 3.23) é relativamente simples. Uma mistura do solvente com o analito é injetado na coluna cromatográfica. O processo pode acontecer usando-se um solvente líquido ou gasoso, os solutos eluídos de uma coluna cromatográfica podem então ser observados através de vários tipos de detectores. O sinal detectado pelo equipamento é enviado a uma central de processamento de dados (um computador acoplado ao cromatógrafo), mostrado na Figura 3.24. E esse sinal é convertido em um gráfico que dá a resposta do detector versus tempo de retenção. O solvente com o analito leva um tempo para percorrer toda a coluna cromatográfica. Há esse tempo damos o nome de **tempo de retenção**, e ele é proporcional à concentração do analito.

Obviamente, assim como em qualquer método experimental como na espectrofotometria, precisamos de um padrão para obter e comparar os gráficos resultantes da análise da amostra. É nessa comparação que podemos precisar a concentração do analito em estudo. O gráfico na verdade, fornece uma série de picos, mas o que verdadeiramente interessa é o correspondente ao analito cuja concentração queremos saber.

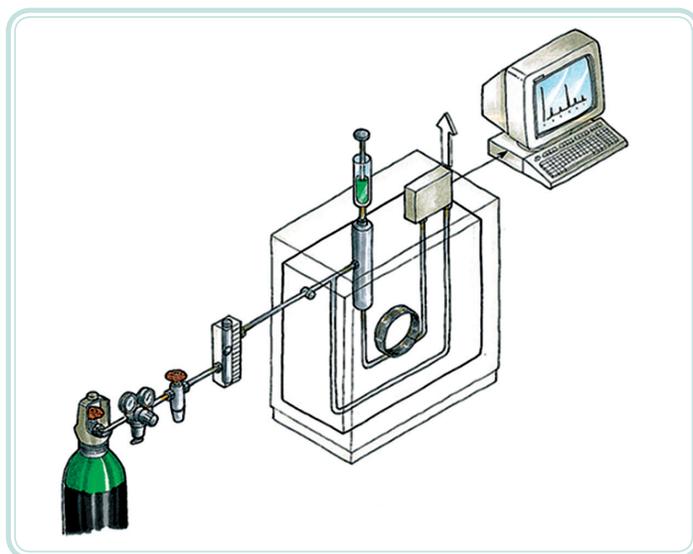


Figura 3.23: Esquema do princípio de funcionamento de uma análise cromatográfica

Fonte: [http://hiq.lindegas.com.br/international/web/lg/br/like35lgspgbr.nsf/repositorybyalias/ana_meth_gc/\\$file/GC_principle.gif](http://hiq.lindegas.com.br/international/web/lg/br/like35lgspgbr.nsf/repositorybyalias/ana_meth_gc/$file/GC_principle.gif)



Figura 3.24: Cromatógrafo líquido de alta eficiência acoplado a um computador

Fonte: http://www.shimadzu.com.br/analitica/produtos/cromatografos/lc_ms/images/hplc_prominence-7.jpg

3.3.7 Destilador e deionizador

São equipamentos utilizados em laboratório na produção de água pura para análises químicas: destilador e deionizador.

a) Destilador

O destilador (Figura 3.25) é o equipamento destinado a promover a operação unitária de destilação. Em laboratório o destilador é usado na destilação de água para uso geral nos experimentos.

O princípio de funcionamento do destilador é simples. O equipamento é ligado à rede de água do laboratório (um circuito interno faz a água passar por uma resistência à alta temperatura). Quando a água entra em contato com a serpentina ela evapora e condensa na parte superior do destilador, condensa e escorre por canaletas laterais no aparelho. A água é conduzida da canaleta por um tubo até um recipiente que vai acondicionar a água recém-destilada.



Figura 3.25: Destilador simples

Fonte: <http://www.opatologista.com.br/produtos/grande/destilador%20341%2002.jpg>

b) Deionizador

O deionizador é o equipamento utilizado em laboratório para produzir água isenta de íons. Na verdade esse equipamento promove o abaixamento da concentração de íons presentes na água a níveis muito baixos. O deionizador, se comparado com o destilador, produz uma água com um teor de íons extremamente baixo.

O deionizador funciona baseado no princípio da separação química. O equipamento é ligado à rede de água. Quando a água é forçada a passar pelos dutos internos do aparelho uma coluna promove a troca de íons com a água. Essa coluna é construída de material compactado que produz uma troca iônica entre a água e a coluna, onde os íons presentes na água ficam retidos na coluna, um princípio muito parecido com o funcionamento da cromatografia líquida. A água neste caso seria uma espécie de fase móvel, e a coluna de troca iônica seria a fase estacionária.

Ao deionizador é instalado um medidor de condução para verificação da eficiência da deionização. As colunas de troca iônicas podem ser do tipo catiônica ou do tipo aniônica, ou uma mistura de ambas. Quando a coluna de troca iônica perde a eficiência, deve ser trocada. Há uma maneira barata de reaproveitá-la que é lavando essa coluna com uma solução de ácido clorídrico diluído. A Figura 3.26 mostra um deionizador simples.



Figura 3.26: Deionizador simples

Fonte: http://images01.olx.com.br/ui/1/29/92/7832792_1.jpg

3.3.8 Osmose reversa

Quando uma solução possui altas concentrações de sais e moléculas orgânicas simples, utiliza-se um processo muito eficiente para diminuir a concentração desses solutos: a osmose reversa.

O processo de osmose reversa consiste em separar um solvente de um soluto, o que equivale a um processo de separação por pressão. O processo consiste em se aplicar uma alta pressão sobre a solução que é forçada a passar por uma membrana semipermeável. A membrana é permeável ao solvente, mas não ao soluto o que contraria o processo natural de osmose, por isso o nome osmose reversa. O equipamento utilizado tem o mesmo nome do processo de separação, **equipamento de osmose reversa**.

A osmose reversa é utilizada, além dos laboratórios de química, na indústria tais como:

- Dessanilização da água do mar.
- Irrigação.
- Alimentação de caldeiras.
- Produção de produtos químicos.
- Recuperação de águas residuárias.
- Concentração de sucos, proteínas e vinho na indústria alimentícia.

Na indústria sucroalcooleira esse processo tem importância visto que, trocadores de calor e caldeiras são utilizados no processo de fabricação de álcool e de açúcar. Esses equipamentos exigem água ultrapura, para evitar a incrustação e depósito de sais insolúveis nas paredes internas dessas tubulações, daí a importância da osmose reversa.

Na indústria sucroalcooleira esse processo tem importância visto que, trocadores de calor e caldeiras são utilizados no processo de fabricação de álcool e de açúcar. Esses equipamentos exigem água ultrapura, para evitar a incrustação e depósito de sais insolúveis nas paredes internas dessas tubulações, daí a importância da osmose reversa.

3.4 Calibração de vidraria volumétrica

Calibração é o conjunto de ações ou operações que estabelecem a relação entre as medidas feitas por um instrumento ou sistema de medidas e os valores apresentados por um objeto ou material de referência. Como já se mencio-

nou na Aula 1, o metro padrão, é um material de aço especial depositado na França. Hoje em dia usa-se conceitos mais modernos para definir as unidades de medida. O metro hoje é considerado como a distância percorrida pela luz no vácuo durante uma unidade de tempo.

As vidrarias volumétricas são instrumentos de laboratório de grande precisão. Precisam ser calibradas, para que suas medidas sejam confiáveis. A calibração de vidrarias apesar de serem simples é de grande importância para a confiabilidade dos resultados de uma análise química.

Normalmente, os fabricantes já vendem suas vidrarias volumétricas calibradas, entretanto, após utilizarmos várias vezes um equipamento volumétrico, tal como uma pipeta volumétrica ou uma bureta, ele vai se desgastando e sua calibração vai se perdendo. Então para determinarmos o quanto uma vidraria está fora das medidas com as quais foi vendida, devemos calibrá-la.

Para calibrar a maioria das vidrarias, usamos a água como padrão. Isso porque a massa específica da água é bastante conhecida em várias temperaturas. Em virtude da facilidade de acesso e do baixo preço da água em relação a outros materiais de referência, como a platina, ela é largamente utilizada em calibração de vidrarias volumétricas em laboratório.

O processo de calibração consiste em se encher com água, até o traço de calibração ou aferição da vidraria, e transferir quantitativamente a água no interior da vidraria para um recipiente previamente tarado em uma balança analítica. A massa da água medida pela balança pode ser relacionada com o volume real da vidraria para definir qual o real valor do volume da vidraria que se está calibrando. Ver Tabela 3.1.

A massa específica da água medida vai depender da temperatura em que ela se encontra. Ver Tabela 3.1.

Tabela 3.1: Massa específica da água em várias temperaturas

Temperatura (°C)	Densidade (kg/m ³)
100	958.4
80	971.8
60	983.2
40	992.2
30	995.6502
25	997.0479
22	997.7735
20	998.2071
15	999.1026
10	999.7026
4	999.9720
0	999.8395

A densidade da água em kilogramas por metro cúbico (sistema SI) em várias temperaturas em graus Celsius. Os valores abaixo de 0°C se referem a água em sobrefusão.

Fonte: <http://pt.wikipedia.org/wiki/Densidade>

3.5 Principais operações unitárias em laboratório: conceitos

Em laboratório ou em uma planta industrial, muitas vezes precisamos recorrer às operações unitárias para determinado processo químico. Não há muito consenso na definição de operação unitária. Operação unitária, também conhecida como operação física, é uma etapa de várias em um processamento químico para gerar então um produto químico final. Cada uma das etapas é uma operação unitária específica que visa o transporte de massa, calor ou movimento.

As operações dividem-se em 3 tipos: (FOUST et al, 1982).

Transferência de movimento – transporte de fluidos, filtração, fluidização sólida.

Transferência de calor – evaporação, condensação.

Transferência de massa – tais como a absorção gasosa, destilação, extração, adsorção, secagem.

Essas operações unitárias são utilizadas nas indústrias químicas, inclusive nas indústrias sucroalcooleiras. Neste último caso, a destilação como principal operação unitária aplicada à indústria do açúcar e álcool. Estudaremos a partir daqui, algumas das principais operações unitárias aplicadas tanto em laboratório quanto em indústrias químicas.

3.5.1 Filtração

A filtração é um método em que podemos separar um sólido de líquido ou fluido. Nesse caso, o sólido se encontra suspenso no fluido e é separado dele pela passagem da solução heterogênea através de um meio permeável, de modo que as partículas do sólido fiquem retidas no filtro.

Há filtração por gravidade, que ocorre naturalmente, ou então podemos ter uma passagem forçada, por meio de produção de vácuo para promover a filtração.

Em laboratório há a filtração por meio da utilização de um funil de vidro e um papel que pode ser qualitativo ou quantitativo. Estes papéis de filtro podem ser de celulose ou de fibra de vidro, dependendo da necessidade. O funil de vidro pode ser substituído por um funil de Buchner quando se deseja uma filtração a vácuo.

Esse tipo de funil é construído normalmente de porcelana vazada onde é acondicionado o elemento filtrante (o papel de filtro). O funil é fixado por meio de uma rolha vazada em um kitassato, onde é então fixada uma mangueira que produz o vácuo por meio de uma bomba de sucção. O vácuo produz a diferença de pressão necessária para forçar a passagem da solução pelo aparato de filtração e então promover a separação. Há sistemas mais eficientes de filtração, mas dependem da porosidade do elemento filtrante. As Figuras 3.27 e 3.28 mostram um esquema de filtração a vácuo e um de filtração simples.

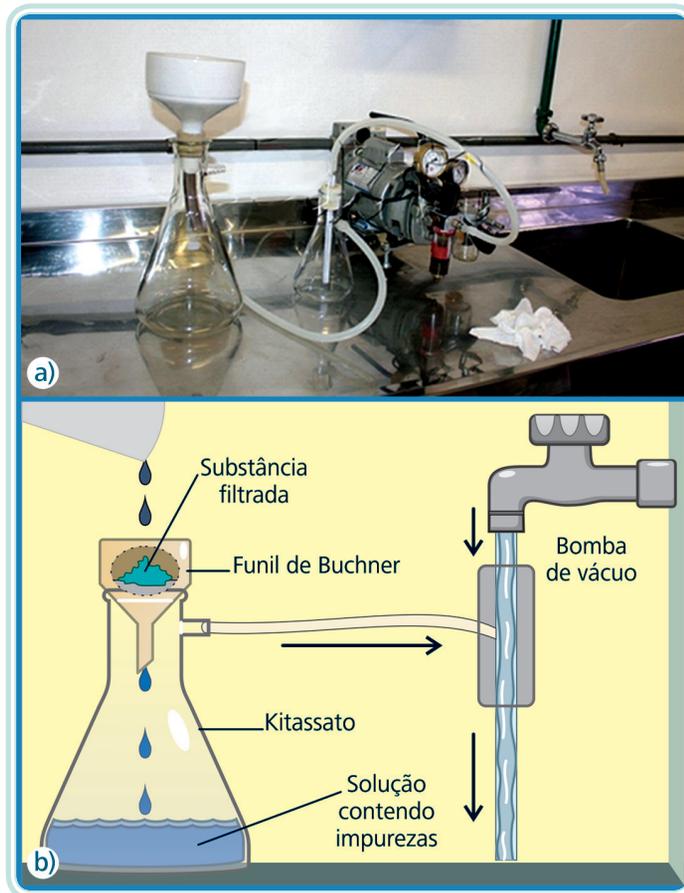


Figura 3.27: Esquema de filtração a vácuo usando o funil de Buchner

Fonte: (a) <http://c.photoshelter.com/img-get/10000umV4lozs8uM/s/750/750/LA20090905LS085.JPG>

(b) CTISM, adaptado de http://www.coladaweb.com/quimica/re cristalizacao_arquivo/image002.gif



Figura 3.28: Esquema de filtração simples

Fonte: <http://profmarialuiza.vilabol.uol.com.br/imagens/filtracao.jpg>

3.5.2 Secagem, prensagem, evaporação

A operação de secagem é basicamente a retirada de água de um material sólido ou semissólido. Nos leitos de secagem na indústria, o material sólido é submetido a uma alta temperatura (não a ponto de degradar o material sólido) para a remoção do excesso de água ou da sua totalidade. Neste caso, trabalha-se com a transferência de massa para remoção da água de um sistema sólido ou semissólido.

Líquidos também podem ser removidos de forma mecânica por centrifugação ou prensas, em operações conhecidas como prensagem. Na produção do óleo de cozinha ou do azeite de oliva, a extração do óleo é feita por grandes prensas a frio onde uma grande pressão é aplicada sobre a matéria-prima (grãos de soja ou azeitonas). Antigamente a extração era feita a quente para melhor fluidizar o óleo, porém o calor provocava a oxidação de parte do óleo o que prejudicava seu flavor.

A prensagem pode ser feita por vários tipos de equipamentos. Os mais comuns são grandes rolos dentados que promovem a moagem da cana.

Na indústria sucroalcooleira o caldo da cana é removido por várias prensagens a frio. Depois disso o caldo da cana pode ter dois destinos:

- a) **Evaporação** para remoção da água e concentração para produção do açúcar.
- b) **Fermentação e destilação** para produção do álcool.

Na evaporação, o açúcar (sacarose) é concentrado por evaporadores que retiram o excesso de água do caldo, a planta de cana-de-açúcar é normalmente composta de 65% a 75% de água e cerca de 15% de sacarose. A operação de evaporação é muito importante e crucial na fabricação do açúcar. Já no caso do álcool (hidratado ou anidro) a operação mais importante é a destilação que ocorre após a fermentação, para a separação do álcool dos sólidos e de outros líquidos resultantes da fermentação biológica.

Dada a importância da necessidade de grandes quantidades de energia para produção de álcool e açúcar, as usinas de cana-de-açúcar normalmente usam a energia produzida pela queima do bagaço da cana, para suprir as demandas energéticas no processo produtivo. A energia produzida pela queima do bagaço é tão grande que, muitas vezes, há um *superávit* de produção de energia e

algumas usinas chegam a vender o excedente para subestações. A energia produzida pode chegar a algumas dezenas de megawatts.

Em laboratórios de química a secagem e a evaporação são operações importantes, na análise do teor de sólidos totais em soluções ou água bruta e potável. Nesse tipo de análise a solução passa por um papel de filtro para separar os sólidos do líquido (que normalmente é a água). Esses sólidos, juntamente com filtro (previamente pesado) são levados à secagem por evaporação para retirada de toda a água superficial. O que sobra é novamente pesado, e a diferença do filtro menos o filtro + os sólidos dá o total de sólidos suspensos na água. A secagem é feita em fornos, onde amostras padrões também podem ser secadas para livrar as suas superfícies da água presente na atmosfera (umidade relativa).

3.5.3 Destilação

Nas aulas práticas de química orgânica é comum o uso da destilação como recurso para obtenção de uma determinada substância. A operação de destilação é o primeiro recurso utilizado para a separação em componentes de sistemas do tipo água + álcool. A Figura 3.29 mostra como montar um sistema de destilação fracionada para separar água e álcool e a Figura 3.30 mostra como é feita a destilação fracionada do petróleo na indústria química.

Esse sistema não é muito diferente da escala industrial, em que o produto da fermentação da sacarose da cana é submetido à destilação fracionada para separação do álcool dos outros componentes (principalmente a água) dessa mistura. A diferença está na quantidade de energia utilizada no processo e na quantidade de produto obtido.

As principais operações envolvidas nesse processo são a transferência de massa e calor, o que deve ser levado em conta na contabilidade dos custos envolvidos no processo.

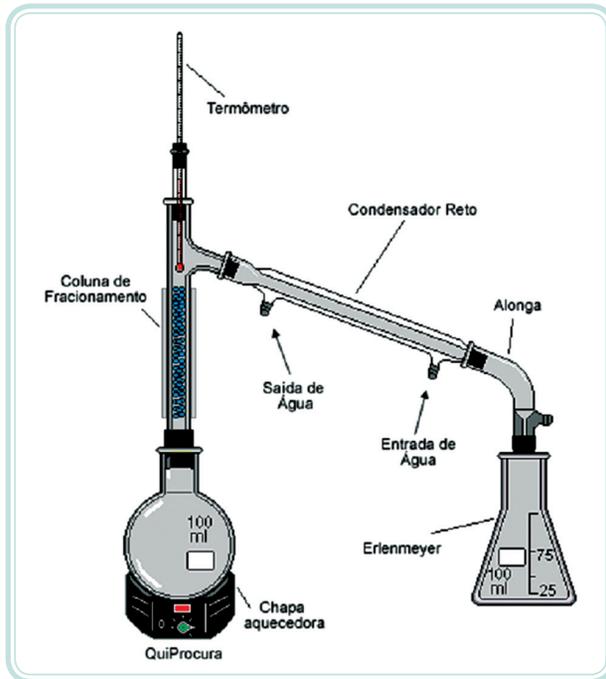


Figura 3.29: Sistema de destilação fracionada montado em laboratório de química

Fonte: http://www.sobiologia.com.br/figuras/Oitava_quimica/destilacaofracionada.jpg

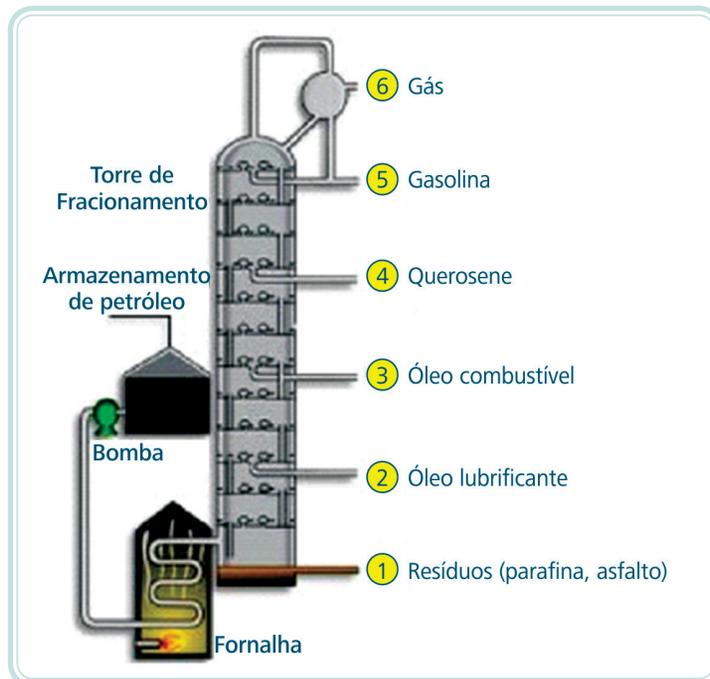


Figura 3.30: Sistema de destilação fracionada na indústria química

Fonte: http://1.bp.blogspot.com/_seXpqn0aQo/SgjCcMH6fzI/AAAAAAAAACKg/vADLHzVGEh4/s400/destila%C3%A7%C3%A3o+fracionada.jpg

3.5.4 Adsorção e absorção

Apesar de serem parecidas no nome, possuem processos muito diferentes de funcionamento.

a) Adsorção

A adsorção é o processo em que uma substância adere à superfície de outra (HARRIS, 2008). Nesse processo de adsorção, o mecanismo de aderência pode ser: físico ou; químico.

Na aderência química, também conhecida como quimiossorção as moléculas ou átomos aderem à superfície do adsorvente por ligações químicas.

Na aderência física, também conhecida como fisissorção, as moléculas ou átomos aderem à superfície do adsorvente por ligações físicas do tipo Van der Waals. Esse tipo de ligação é fraca, e portanto, não formam ligação química.

A intensidade da adsorção depende da temperatura, pressão e tamanho da superfície de contato, o carvão ativado possui uma grande superfície de contato em função de sua grande porosidade, sendo assim um ótimo adsorvente.

Em laboratório há um uso comum dessa propriedade de adsorção, que é na operação de remoção de cor de soluções em que, através da filtração, força-se a passagem de uma solução colorida por um filtro, onde é colocada uma porção de carvão ativo. As moléculas orgânicas ficam aderidas à superfície do carvão permitindo então a passagem da água sem a substância que confere cor.

Na indústria sucroalcooleira esse processo de adsorção é largamente utilizado. Após a operação de moagem para extração do caldo da cana, o líquido resultante é muito escuro pela grande quantidade de substâncias que conferem cor ao caldo, principalmente substâncias orgânicas. Para remoção desse excesso de cor, o caldo é forçado a passar por um grande filtro prensa de carvão ativo. Os materiais que conferem cor ao caldo ficam, em sua grande maioria, retidos por adsorção ao filtro prensa no carvão ativo, e assim o caldo clarificado passa para as próximas etapas da produção.

b) Absorção

A absorção é o processo em que uma substância é retida dentro de outra, como a água é retida pela esponja (HARRIS, 2008).

Nesse caso, diferentemente da adsorção, uma substância (absorvida) se infiltra por volume na substância que absorve (absorvente). Nessa situação não há mudança de estado nem mudança química no absorvente ou absorvido. Essa absorção vai depender da pressão, temperatura e da concentração das substâncias.

Em laboratório os conceitos de absorção são usados em várias análises químicas como para expulsar um gás que pode agir como um interferente em uma análise química, tal como no preparo de uma solução de NaOH.

Na indústria, a absorção é utilizada na fabricação de bebidas.

Na fabricação de refrigerantes os engenheiros químicos projetam grandes torres de absorção chamadas de **colunas de absorção**. Nessas colunas uma grande quantidade de gás é forçada, em contracorrente a entrar na coluna que contém a mistura que é o refrigerante. Nesse caso, pressão e temperatura são importantes para um maior rendimento na mistura e para que haja a maior absorção possível do gás pelo líquido.

Obviamente podemos ter absorção de gases por líquidos, de gases por sólidos, e de líquidos por sólidos e também de gases por líquidos ou sólidos. Há, portanto, uma infinidade de possibilidades na indústria química para aplicação da absorção. A Figura 3.31 mostra uma coluna de absorção industrial, em que o gás é forçado contra o líquido em contracorrente (gás em sentido oposto ao do líquido).

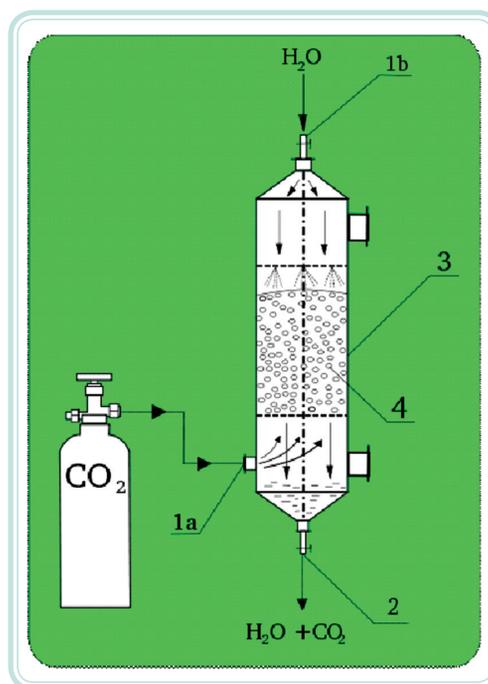


Figura 3.31: Coluna de absorção de gases

Fonte: <http://pt.wikipedia.org/wiki/Ficheiro:Absorber.svg>

A absorção é um processo físico desacompanhado de outro processo físico ou químico, portanto, é importante o balanço de massas nesse caso. O balanço de massas para essa operação unitária segue a lei de partição de Nernst, que diz que “a razão de concentrações de algumas espécies de solutos em duas fases volumosas em contato é constante para um dado soluto de fases volumosas”. Veja Equação 3.4 da lei de partição.

Equação 3.4

$$\frac{[x_1]}{[x_2]} = \text{cte} = K_{N(x,12)}$$

Onde: x_1 é a massa 1

x_2 é a massa 2

k_N é o coeficiente de partição

3.5.5 Extração por solvente

A extração por solvente é uma técnica muito utilizada em laboratórios e em indústrias químicas. Quando se quer separar um soluto de uma fase líquida utilizando outro líquido como solvente, este obrigatoriamente imiscível na solução que se quer extrair o soluto. É a transferência de massa de um solvente para outro em que os solventes de extração são normalmente orgânicos. A extração por solvente é uma técnica muito versátil, pois possibilita a separação de quantidades traço bem como de grandes quantidades de soluto.

Em laboratórios é comum a utilização desta técnica na cromatografia, nas separações com funis de decantação, na extração de óleos essenciais de determinadas matérias-primas entre outras.

Na indústria, a petroquímica é a que mais utiliza essa técnica pela grande quantidade de compostos orgânicos com que trabalha. Após a solubilização do soluto no solvente de interesse, utiliza-se outra técnica de separação, em geral a destilação, que causa a condensação somente do soluto deixando o solvente intacto no processo de destilação. Essa técnica é relativamente moderna e permite a separação em casos que nenhuma outra técnica pode ser utilizada.

As plantas industriais desse tipo de processo são caras, porém, de grande rendimento e eficiência. A Figura 3.32 mostra uma extração por solvente seguida de destilação.

Nesse processo é importante o domínio das teorias sobre força iônica, solubilidade e técnicas de separação.



Figura 3.32: Extração por solvente seguida de destilação

Fonte: http://3.bp.blogspot.com/_S0hcdxFgeJc/S-rjXu2L66I/AAAAAAAAAa4/uA7oN-d5H40/s1600/image002.gif

Resumo

Nesta aula foram vistos os principais equipamentos de um laboratório, seus princípios de funcionamento e sua análise descritiva. Foram vistos também alguns princípios básicos de operações unitárias mais relevantes em laboratório e na indústria assim como conhecimentos sobre interpretação de manuais de equipamentos de laboratório. Alguns tópicos sobre balanço de massa, balanço hídrico e balanço de energia foram fundidos.



Atividades de aprendizagem

1. Quais são os principais elementos de um manual de equipamento de laboratório?
2. Que registros devem ser feitos no caderno de laboratório?
3. Para que servem as balanças em um laboratório?
4. Quanto ao dispositivo de funcionamento, quais são os tipos de balanças?
5. O que é uma centrífuga de laboratório?
6. A que finalidade se prestam os fornos, muflas e estufas?
7. Qual a finalidade do dessecador?
8. Escolha 3 tipos de vidrarias e as descreva com detalhes, do material construtivo até a sua finalidade de uso.
9. O que é e para que servem o espectrofotômetro e o cromatógrafo?
10. Para que serve o destilador e o deionizador? Em escala industrial, onde é usado o princípio da destilação na indústria sucroalcooleira?
11. Das operações unitárias vistas neste capítulo, quais as mais usadas na indústria do açúcar e do álcool?

Aula 4 – Relatórios de controle de processos

Objetivos

Executar e interpretar fluxogramas e *layout* de processos e de análises rotineiras.

Interpretar e executar POP's (Procedimento Operacional Padrão).

Interpretar e executar relatórios técnicos e laudos periciais.

4.1 Relatórios

Os relatórios de controle de processo são documentos técnicos, expostos por escrito, com o objetivo de comunicar como, quando e porque um problema ocorre, fornecendo informações para um diagnóstico eficaz na prevenção, detecção e tomada de decisão para resolução desses problemas no processo produtivo ou de serviços. Portanto, o relatório de controle de processo é uma ferramenta utilizada para auxiliar o aumento da produtividade da empresa, evitando desperdícios de matéria-prima, insumos, produtos. Esses tipos de relatórios também auxiliam no controle e na garantia da qualidade dos produtos e dos serviços.

4.2 Fluxogramas de produção e *layout* de processo

O fluxograma de produção (ou fluxograma de processo) e o *layout* de produção são ferramentas úteis na concepção e planejamento de um processamento industrial, devendo compor o planejamento financeiro do empreendimento na análise de viabilidade do negócio. O fluxograma é a representação esquemática da sequência coordenada das operações e processos unitários que compõem o processamento industrial, desde a entrada da matéria-prima até a obtenção do produto acabado. Desse modo, os fluxogramas permitem uma visualização mais fácil e o entendimento do desenvolvimento lógico das etapas de produção.

4.2.1 Elaboração do fluxograma

Um fluxograma completo apresenta os pontos de entrada das matérias-primas e da energia necessária bem como os pontos de remoção do produto e subprodutos. Na etapa de concepção do processo industrial, os fluxogramas são mais simples, sem grandes informações, entretanto a medida que o estudo da planta de instalação de uma fábrica vai evoluindo, maiores detalhes vão sendo adicionados aos fluxogramas. Muitas vezes opta-se por vários fluxogramas para maior riqueza de informações. Em alguns casos, os fluxogramas de produção vêm acompanhados da descrição de cada etapa do processo fabril. A Figura 4.1 apresenta um fluxograma de produção de uma fábrica sucroalcooleira.

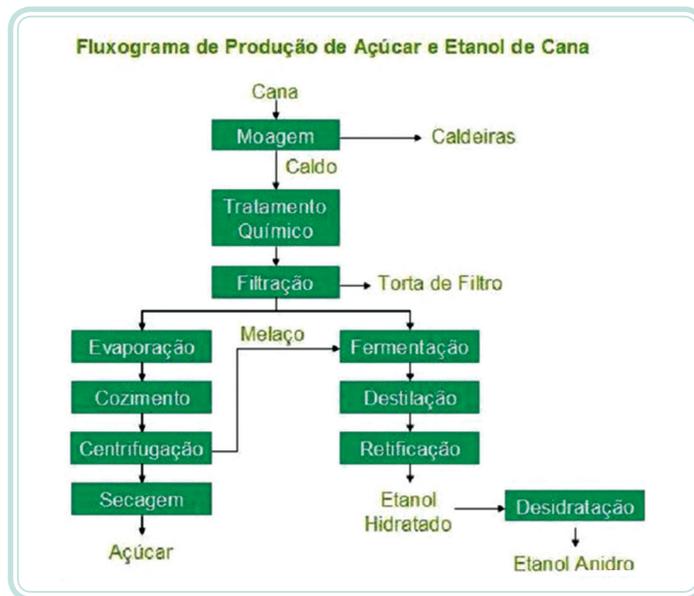


Figura 4.1: Fluxograma de produção de álcool e açúcar

Fonte: http://www.faespsenar.com.br/arquivos/imagens/gerais/faesp/economico/Bioenergia-Fluxograma_alcool.JPG

4.2.2 Elaboração do layout

O layout de processo é a disposição esquemática em planta baixa dos equipamentos em sequência ordenada de produção. O desenvolvimento do layout fabril mais adequado é o que favorece a produtividade, contemplando economia de tempo e agilidade no manuseio das matérias-primas e produtos acabados. O layout é desenvolvido a partir das características do local onde os equipamentos estão instalados.

4.3 Procedimento Operacional Padrão (POP)

A busca cada vez maior dos consumidores por bens e serviços de qualidade, combinado às exigências das autoridades e ao desejo dos empresários levaram as indústrias a se preocuparem com a segurança e a qualidade do produto

a fim de se tornarem competitivas na cadeia produtiva. Juntamente a esses fatores, estão a criação em 1947 das normas técnicas ISO (*International Organization for Standardization*) para garantia da qualidade, a modernização da indústria e a globalização, que estabeleceram maior importância à qualidade de produtos e serviços que antes existia de forma desorganizada e localizada.

4.3.1 História da padronização dos processos

Antes da Revolução Industrial, a fabricação de produtos era realizada nas casas dos trabalhadores e regida pela simples divisão do trabalho, com funções especializadas, principalmente nas produções têxteis. Somente com o início da Revolução Industrial, com a invenção do tear a força por Cartwright, em 1785, ocorreu a necessidade da organização do trabalho produtivo. Segundo Harding (1981), a inserção de máquinas no ambiente de trabalho forçou o agrupamento dessas máquinas ao redor de fontes de força disponíveis, como os engenhos de água. Assim, os trabalhos especializados das casas foram transferidos para os engenhos. E, por conseguinte, a produção artesanal deu lugar à padronização dos processos.

A organização racional do trabalho foi proposta por Frederic Winslow Taylor em meados de 1903, surgindo assim o taylorismo, evidenciada pela padronização dos tempos e movimentos, divisão de tarefas, incentivos salariais, prêmio de produção, além de condições ambientais e do desenho de cargos e tarefas.

Por volta de 1912, aparece o fordismo, período em que Henry Ford, influenciado pelas ideias de Taylor, resolve reagrupar as atividades que tinham sido desmembradas, instalando os métodos da produção em série ou em massa, incluindo as linhas de montagem de movimento contínuo em sua fábrica de automóveis, fixando os trabalhadores para que não se movessem (SZEZERBICKI, PILATTI, KOVALESKI, 2004). Sem sombra de dúvida, a escola fordista foi a precursora da moderna administração das empresas, influenciando por meio da padronização dos processos, os sistemas de gestão de qualidade, como: (1) Análise de Perigos e Pontos Críticos (APPCC); (2) Boas Práticas de Fabricação (BPF); (3) Procedimento Operacional Padrão (POP); (4) Procedimentos Padrões de Higiene Operacional (PPHO), e outros.

4.3.2 Definição de POP

O Procedimento Operacional Padrão (POP) foi definido por Colenghi em 1997, como uma descrição detalhada de todas as operações necessárias para a realização de uma tarefa. Em outras palavras, o procedimento operacional padrão é um roteiro padronizado para realizar uma atividade. O POP é a

padronização do processo de obtenção de um produto ou serviço, visando a qualidade do produto ou serviço e a satisfação do cliente. Os procedimentos operacionais padrão têm grande importância em qualquer processo funcional, pois garante, por meio deste processo, os resultados esperados por cada atividade executada.

4.3.3 Objetivo do POP

O Procedimento Operacional Padrão (POP) tem por objetivo fundamental garantir, mediante uma padronização, os resultados esperados por cada tarefa executada (COLENGHI, 1997).

4.3.4 Manual de procedimentos

A coletânea de todos os procedimentos operacionais padrão constitui o manual de procedimentos. Todos os POP deverão ser de responsabilidade do diretor, chefe, coordenador ou técnico responsável pelo laboratório. O manual de procedimentos deverá estar completo, atualizado e revisado por pessoa capacitada para execução dessa atividade (DUARTE, 2005).

4.3.5 Elaboração do POP

De um modo geral, os procedimentos operacionais padrões devem conter determinados elementos que permitam comunicar as diretrizes, as características e a metodologia para desenvolvimento de uma atividade técnica específica, bem como, atribuir a responsabilidade dessa atividade a um técnico ou grupo de técnicos, visando à obtenção da melhor realização daquela atividade. O Quadro 4.1 apresenta os principais elementos e as finalidades dos componentes de um POP e a Figura 4.2 apresenta exemplos de POP.

Quadro 4.1: Principais elementos componentes de um POP

Elemento	Finalidade
Cabeçalho	Informar o setor onde será realizado o POP, o tipo de atividade, data, código, versão, página.
Objetivo	Estabelecer o objetivo do POP.
Campo de aplicação	Descrever os setores onde devem ser realizados os procedimentos.
Apresentação ou introdução	Descrever objetivamente, com o apoio de literatura citada no texto, a atividade a ser desenvolvida.
Materiais	Expor os materiais utilizados.
Procedimento	Expor a metodologia da atividade. Sua condução e análise devem ser descritos com clareza e precisão. Os processos e técnicas já publicados e amplamente conhecidos devem ser referenciados por citação.
Registros	Registrar os dados obtidos em planilhas, fichas, diagramas.
Resultados esperados	Expor o que se espera de resultados, podendo ser incluídos as faixas de valores normalmente obtidos.
Medidas de segurança	Descrever as condições operacionais que garantam a segurança do procedimento e as medidas a serem adotadas em caso de acidente.
Responsáveis	Nomear o funcionário responsável pela execução e pelo controle do procedimento.
Bibliografia	Informar a referência bibliográfica citada no procedimento.

Fonte: autores

Embrapa
Suínos e Aves

PROCEDIMENTO OPERACIONAL PADRÃO

Título: Destilação	Número: Gerelab000	Versão: 01 10/2005
--------------------	--------------------	-----------------------

NOME DO LOCAL DE DESENVOLVIMENTO DO POP

LOGOMARCA DA INSTITUIÇÃO	PROCEDIMENTO PARA OPERAÇÃO DE BALANÇA	Data : Código : Versão : Página :
--------------------------	---------------------------------------	--

1. OBJETIVO
2. CAMPO DE APLICAÇÃO
3. DOCUMENTOS COMPLEMENTARES
4. GLOSSÁRIO
5. EQUIPE RESPONSÁVEL
6. DESCRIÇÃO
 - 6.1 Especificação do equipamento
 - 6.2 Manutenção
 - 6.3 Calibração
 - 6.4 Detalhamento do procedimento
7. ANEXOS

a)

Campo de aplicação:

- 1 - Objetivo
- 2 - Introdução
- 3 - Materiais
4. Operação
 - 4.1 - Montagem do sistema
 - 4.2 - Procedimento - Destilação
 - 4.3 - Registros
5. Reparo e manutenção
6. Medidas de segurança
7. Bibliografia

PALAVRAS-CHAVES: tratamento resíduo, recuperação solventes orgânicos, destilação		REVISÃO 01	SEÇÃO DO MANUAL
ELABORAÇÃO 04/10/05 - Juliana	VERIFICAÇÃO Sim - Anton/Remão	APROVAÇÃO Sim - Anton	DATA 17/10/2005
			PÁGINAS 02/03

b)

Figura 4.2: Exemplos esquemáticos de POP, (a) POP para operação de balança e (b) POP para destilação

Fonte: (a) www.anvisa.gov.br/reblas/cursos/.../controle_documentos.ppt

(b) <http://www.cnpsa.embrapa.br/residuos/tratam.html>

4.4 Documentos técnicos

Existem diferentes documentos técnicos que têm por objetivo esclarecer determinada dúvida de natureza específica de um fato ocorrido. A nomenclatura desses documentos muitas vezes é confundida ou erroneamente tomada como sinônimo.

4.4.1 Tipos de documentos técnicos

O Quadro 4.2 apresenta os tipos de documentos mais comumente utilizados para registro de informações técnicas bem como expor o significado dessas peças e as diferenças existentes entre esses documentos.

Quadro 4.2: Significado de documentos técnicos empregados no esclarecimento dos fatos

Peça técnica	Significado
Perícia	É a atividade realizada por um ou mais profissionais especialistas, legalmente habilitados, para esclarecer determinado fato, apurando as ocorrências relacionadas às causas motivadoras do fato ou o estado, a alegação de direitos ou a estimativa da coisa que é objeto de litígio ou processo. A perícia é documentada pelo relatório, laudo ou parecer.
Vistoria	Inspeção judicial a um prédio ou local sobre o qual existe litígio, podendo ser realizada por um técnico especialista na área do conhecimento em questão.
Análise	Ou exame laboratorial, é a técnica empregada para submeter a amostra a identificação da evidência física, química ou biológica para servir de prova material.
Avaliação	Ou análise, ou exame, é o estudo pormenorizado de cada parte de um todo, tendo em vista conhecer sua natureza, suas proporções, suas funções, suas relações, etc. A análise deve compor o relatório, o laudo ou o parecer. Este tipo de análise deve ser diferenciado das análises laboratoriais.
Relatório	Exposição escrita, ordenada, detalhada e circunstanciada relativa a um assunto ou fato que se observou. O relatório deve comunicar uma atividade desenvolvida ou ainda em desenvolvimento durante uma missão. Este tipo de documento poderá ser oficial ou não.
Laudo	Peça escrita, dado por um técnico ou profissional especializado no assunto, onde se expõem os estudos, as observações e as conclusões efetuadas acerca de uma determinada investigação. É um documento objetivo. Existem basicamente dois tipos de laudo: (1) técnico e (2) pericial.
Parecer	É a opinião dada por escrito por um profissional especialista na área de conhecimento solicitada, que pode ser elaborado para atendimento à Justiça ou não, em caráter consultivo. É subjetivo e se baseia no laudo.

Fonte: Dicionário Aurélio, 1999; Espindula, 2008; IBAPE/PB, 2011

4.4.2 Considerações gerais sobre perícias

Frequentemente, os profissionais especialistas em determinada área e ramo do conhecimento, legalmente habilitados, são chamados para esclarecer fatos em determinadas situações. Esses esclarecimentos podem ocorrer de forma, oficial ou não. A análise, exame ou avaliação técnica especializada é cada vez mais solicitada nas periciais judiciais, para auxiliar o magistrado quanto aos aspectos de conhecimento técnico e/ou científico do assunto em questão.

A-Z

litígio

Questão judicial, onde existe uma pendência ou disputa.

Quando a prova dos fatos depende do conhecimento técnico e/ou científico, o juiz poderá ser assistido por um perito. Esta premissa está prevista no artigo 145 do Código de Processo Civil Brasileiro.

Devido à interdisciplinaridade existente nas perícias, é necessário ao perito o conhecimento teórico nas diversas áreas afins, com o objetivo de apreender toda gama de informações e observações que a situação pericial exige do especialista. Para tanto, é muito importante contar com o auxílio de recursos instrumentais das ciências, para materializar as provas por meio de análises laboratoriais e, a partir daí, elaborar os laudos (EVANGELISTA, 2000).

Portanto, entende-se por perícia, o trabalho de especialização feito com objetivo de se obter prova ou opinião para orientar no julgamento de um fato, em qualquer tempo, em qualquer espaço, qualitativa e quantitativamente, em causas e efeitos.

4.4.3 Base lógica de uma investigação

Em geral, uma investigação inicia com uma pergunta ou hipótese sobre um problema que é solicitado por alguém (instituição, empresa, órgão, associação ou magistrado), para depois serem desenvolvidas as seguintes etapas: (1) definição do problema; (2) leitura dos documentos, autos do processo ou assuntos relacionados ao problema; (3) formulação das hipóteses; (4) definição das variáveis; (5) planejamento dos recursos e metodologia de investigação; (6) coleta dos dados, que pode se incluir a vistoria do local para coleta de informações e/ou amostras; (7) análise dos dados, que pode ser laboratorial, estatístico, entre outras; (8) avaliação dos dados e resultados para serem discutidos; (9) estruturação preliminar da peça escrita, que poderá ser na forma de laudo, relatório ou parecer; (10) elaboração da peça escrita; (11) revisão da peça escrita; e (12) apresentação.

4.4.4 Principais regras para redação dos documentos técnicos

O profissional especialista responsável pela elaboração de um documento técnico deve escrever de forma clara e em **linguagem técnica**. Segundo Cervo e Bervian (1983), na linguagem técnica predominam os seguintes aspectos:

- a) **Impersonalidade** – a redação deve ser feita na 3ª pessoa do singular, evitando-se ou uso de “nós” que não indica impersonalidade. Sugere-se o uso de O presente trabalho...; o presente estudo...; somos da opinião que...; concluímos que...

A-Z

linguagem técnica

É aquela em que os termos podem ser definidos de forma universal, seguindo a terminologia proposta nas normas técnicas em vigor.

- b) Objetividade** – a linguagem deve ser objetiva, precisa e isenta de qualquer ambiguidade. Não se deve deixar por conta da imaginação do leitor, com possíveis interpretações dúbias, porque esse é o trabalho de romancistas, poetas, jornalistas e publicitários, não do especialista técnico. Os fatos ocorridos no desenvolvimento do trabalho devem estar claramente explicitados, convencendo o leitor com dados e fatos, baseando-se em verdades claramente formuladas e em argumentações lógicas.

Exemplo

As análises de qualidade da água de caldeira foram realizadas de acordo com a metodologia preconizada pelo *Standard Methods for Examination of Water and Wastewater...*

- c) Modéstia e cortesia** – uma pesquisa científica se impõe por si mesma por meio de seus resultados. Não é cortês insinuar que os resultados obtidos por outros autores continham erros, pois o trabalho por mais perfeito que pareça, não está isento de refutações posteriores. A cortesia deve suceder à modéstia, pois não se deve transmitir um resultado com autoritarismo. A linguagem científica tem por objetivo expressar e não impressionar.

Exemplo

Detectou-se que, a velocidade de sedimentação do lodo foi mais rápida nos meses de agosto e dezembro, na faixa de 7,0 a 10,0 mL.min⁻¹, enquanto nos outros meses a velocidade de sedimentação do lodo foi mais lenta, na faixa de 0,2 a 4,3 mL.min⁻¹. Esses resultados estão de acordo com a literatura como os trabalhos citados por...

- d) Informativo** – a transmissão de conhecimentos e de informações deve ser cognitiva e racional, baseada em dados concretos a partir dos quais se analisa, sintetiza, argumenta e conclui.

Exemplo

A distância entre as curvas de temperatura em função do tempo registrados pelos termopares 1 e 2, como se ilustra na figura 3, sugere que o bagaço de cana-de-açúcar em pó estudado possui elevada capacidade de retenção de calor.

- e) Claro e distinto** – a clareza de raciocínio é absolutamente fundamental. Para haver clareza na frase deve haver, primeiramente, a clareza de

ideias. Isso irá transmitir os conhecimentos e informações com precisão e objetividade, visando obter o máximo de compreensão ao se anunciarem questões, problemas, informações e ideias.

- f) **Próprio e concreto** – o texto deve ser redigido com a linguagem própria da área de conhecimento, usando-se a terminologia específica.

Exemplo

O período chuvoso não desenvolveu perfil de estratificação acentuado. A justificativa para esse fenômeno possivelmente pode ser atribuída ao aumento da massa específica da água do epilímnio...

- g) **Técnico** – a linguagem deve ser própria e concreta. O texto deve ser elaborado tecnicamente, como se exemplificou anteriormente.

- h) **Frases simples e curtas** – a simplicidade ao escrever e expressar as ideias, pode ser alcançada por meio de gráficos e figuras elucidativas, que auxiliam na interpretação dos resultados. As gírias, jargões, frases feitas outras figuras de linguagem perniciosas não são recomendados, a não ser em casos muito especiais.

Exemplo

A Tabela 4.1 apresenta os parâmetros físico-químicos médios de caracterização das águas condensadas extraídas do 3º e 4º efeitos dos evaporadores – Niro I (Máquinas 3 e 4), evaporador Stork e condensador Stork, que serão destinadas à central de tratamento.

Tabela 4.1: Média dos parâmetros característicos da mistura das águas condensadas

Águas misturadas	Vazão	Temperat.	pH	Condutividade	Alcalin. total	Enxofre	Cloretos
	(m ³ .dia ⁻¹)	(°C)		(µm.cm ⁻¹)	(mg.L ⁻¹ CaCO ₃)	(mg.L ⁻¹ SO ₄)	(mg.L ⁻¹ Cl)
Condensada	189,2	60,3	6,5	13,3	4,7	< 5	< 10
	D. Total	D. Ca Total	D. Mg ²⁺	Cu	Fe	Na	K
Condensada	< 1	< 0,5	< 0,5	< 0,05	< 0,05	0,1	< 0,5
	Zn	Al	Mn	PO ₄	SiO ₂	C	Turbidez
Condensada	< 0,01	< 0,1	< 0,01	0,63	< 0,5	5	2,4

Fonte: autores

4.4.5 Elaboração de laudo

O laudo pode ser técnico, pericial, não oficial e oficial. O laudo técnico é um documento resultante de uma análise laboratorial, vistoria ou exame realizado por profissional especialista legalmente habilitado. O laudo pericial é um documento oficial resultante de uma análise laboratorial, vistoria ou exame realizado por profissional especialista, legalmente habilitado, nomeado e compromissado nos autos pelo judiciário para atuar em determinada questão. Já o laudo não oficial, não exige o termo de compromisso, sendo em geral uma resposta a uma indagação da justiça ou de outro órgão ou instituição, podendo ser um pedido de exame (avaliação) complementar ou ainda na condição de acessório técnico.

Em geral, um laudo deve ser elaborado com os elementos apresentados no Quadro 4.3 para atender às diferentes ações ou procedimentos legais.

Quadro 4.3: Principais elementos de um laudo

Elemento	Finalidade
Autoridade requisitante	Identificar o requerente.
Processo nº	Registrar o número do processo.
Registro do órgão	Identificar o número de cadastro do órgão requerente.
Natureza da ação	Reconhecer o tipo de pedido de investigação.
Nome do periciado	Identificar pessoa física ou jurídica investigada.
Nome do perito ou CRP	Identificar o autor do laudo ou o número do registro profissional do perito.
Objeto de estudo	Identificar o objeto ou fato sob investigação.
Metodologia	Descrever os materiais, métodos e técnicas empregadas na realização das análises.
Qualificação	Atestar as certificações, credenciamentos da empresa e técnicas de análise.
Histórico	Relacionar as ocorrências constantes nos autos do processo.
Exames ou análises	Apresentar os dados e resultados das análises.
Discussão	Discutir os resultados dos exames ou análises.
Conclusão	Concluir o laudo.
Respostas aos quesitos (se houver)	Responder as questões requeridas pelo órgão solicitante.
Data e assinatura	Colocar data e assinatura do perito.

Fonte: Adaptado de Evangelista, 2000

RELATÓRIO DE ENSAIO
DETERMINAÇÃO DA BIODEGRADABILIDADE IMEDIATA
PELA MEDIDA DE DÍOXIDO DE CARBONO
DESPRENDIDO EM SISTEMA FECHADO
B2 - 21828/08C



Ciente: INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE PRODUTOS DE LIMPEZA GIRANDO SOL LTDA
Endereço: Rua General Dalto Filho, 26 Arroio do Meio – RS Cep: 95940-000
Protocolo Ecolyzer: 21828/08C
Recebimento da Amostra: 10/04/08
Início do Ensaio: 16/05/08
Término do Ensaio: 13/06/08
Emissão do Relatório: 18/06/08
Amostra: DESINFETANTE USO GERAL GIRANDO SOL
Composição Química Declarada: Não Declarado
Quantidade: 500mL
Lote Declarado: Não Declarado

RESULTADO

A amostra DESINFETANTE USO GERAL GIRANDO SOL apresentou um grau de biodegradabilidade de 76,9 % e foi considerado facilmente biodegradável, pois atingiu um mínimo de 60% de biodegradação em 10 dias após atingir 10% de biodegradação inicial. O ensaio foi considerado válido pois as referências-padrão apresentaram as seguintes condições: o ensaio com glicose apresentou um mínimo de 60% de desprendimento de CO₂ teórico num intervalo de 10 dias após atingir 10% de biodegradação. O ensaio de inibição atingiu um desprendimento mínimo de 25% do CO₂ = 1 total das duas substâncias adicionadas, no mesmo intervalo e condições referentes ao padrão biodegradável (glicose).

Metodologia:
OECD – Guideline for testing of Chemicals – 301B CO₂ Evolution Test - Ready Biodegradability - 1992
CETESB – Projeto 83.04.00 Desenvolvimento e implementação de testes para avaliação da biodegradação e bioconcentração de agentes químicos, São Paulo out. 1990

- O resultado refere-se à amostra recebida.
- Amostragem realizada pelo cliente.
- Este relatório atende os requisitos da nbr iso/iec 17025, o qual garante a rastreabilidade dos dados gerados no ensaio.
- É proibida a reprodução parcial deste Relatório.

Henrique Pagani dos Santos
Analista Responsável
CRQ 61497 – IV Região

Fábio Vilatoro
Gerente Técnico
CRQ 004448870 – IV Região


LABORATÓRIOS ECOLYZER LTDA
Rua Romão Puiggari, 898 – Via das Mercês
São Paulo – SP. CEP: 04164-001
Fone: (0XX11) 6969-5020
Página 1 de 1

Figura 4.3: Exemplo de laudo técnico

Fonte: <http://www.girandosol.com.br/laudos/laudoBioDesinfetante.jpg>

4.4.6 Elaboração de relatórios

A estrutura de relatórios técnicos pode obedecer aos critérios da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) como apresenta o Quadro 4.4.

Quadro 4.4: Principais elementos da estrutura de um relatório

Estrutura	Elemento
Pré-Textuais	Capa (obrigatório) Errata (opcional) Dedicatória(s) (opcional) Agradecimento(s) (opcional) Lista de ilustrações (opcional) Lista de tabelas (opcional) Lista de abreviaturas e siglas (opcional) Lista de símbolos (opcional) Sumário (obrigatório)
Textuais	Introdução Desenvolvimento Conclusão
Pós-Textuais	Referências (obrigatório) Glossário (opcional) Apêndice(s) (opcional) Anexo(s) (opcional) Índice(s) (opcional)

Fonte: Adaptado de ABNT/NBR 14.724, 2005

Em linhas gerais, de acordo com a NBR 14.724, os principais elementos estruturais de um relatório consistem de:

Capa – deve conter as seguintes informações: a) nome da instituição (opcional); b) nome do autor; c) título; d) subtítulo, se houver; e) número de volumes (se houver mais de um, deve constar em cada capa a especificação do respectivo volume); f) local (cidade) da instituição onde deve ser apresentado; g) ano da entrega.

Sumário – relação do conteúdo do relatório acompanhada dos seus respectivos números das páginas.

Introdução – parte inicial do texto onde devem constar a delimitação do assunto tratado, objetivos da pesquisa e outros elementos necessários para situar o tema do trabalho.

Desenvolvimento – parte principal do texto que contém a exposição ordenada e pormenorizada do assunto. Divide-se em seções e subseções, que variam em função da abordagem do tema e do método.

Conclusão – parte final do texto na qual se apresentam conclusões correspondentes aos objetivos ou hipóteses.

Referências – elaborado conforme a ABNT NBR 6.023.

4.4.7 Elaboração de parecer

O parecer é uma peça escrita com múltiplas aplicações e seu conteúdo é relativamente genérico, podendo abordar desde a análise de fatos concretos até situações hipotéticas que sirvam de parâmetro para outras análises e/ou conclusões (ESPÍNDULA, 2008).

O parecer diferencia-se do laudo e do relatório por ser mais amplo. O parecer é consequência de uma análise e contém além da análise, a opinião técnica sobre determinado fato, objeto do exame. O laudo é o resultado completo e detalhado do trabalho técnico-científico e o relatório é o relato da ação (do exame) desenvolvido, com o respectivo resultado, se for o caso, sem emissão da opinião.

Um parecer deve ser elaborado com os elementos apresentados no Quadro 4.5. Se o parecer não for para atender à Justiça, poderá ser elaborado na mesma sequência do relatório técnico.

Quadro 4.5: Principais elementos de um parecer pericial

Elemento	Finalidade
Capa	Deve conter: a) nome da instituição ou empresa destinada (opcional); b) nome do autor; c) título; d) subtítulo se houver; e) local (cidade) da instituição onde deve ser apresentado; f) ano da entrega.
Sumário	Se o parecer for muito extenso, faz-se necessária a inclusão de um sumário, parte que contém os componentes do parecer com suas respectivas páginas.
Do Histórico	Nesta parte o parecerista narra o acontecimento desde o início da formação do processo administrativo de tal maneira que o leitor entenda o que está se passando.
Da Alegação	Destacar os principais pontos alegados pelo intimado em sua defesa.
Do Mérito	Analisar o mérito da questão, isto é, se a solicitação merece ou não ser tendida mediante argumentações técnicas que podem ser referenciadas.
Da Conclusão	Concluir o mérito da questão se a solicitação deve ou não ser deferida.
Das Referências	Se houver, deve obedecer a ABNT NBR 6.023.

Fonte: autores

Resumo

Nesta aula estudaram-se execução e interpretação de fluxogramas e dos *layout* de processos e de análises rotineiras; a interpretação e execução dos POP's (procedimento operacional padrão), e a interpretação e execução de relatórios técnicos; interpretação de laudos periciais de validação de métodos e laudos periciais de qualidade de matéria-prima e produto acabado. Estudaram-se também a elaboração e interpretação de pareceres técnicos, as principais peças técnicas, como: perícia, vistoria, análise, avaliação, relatório, laudo e parecer.

Atividades de aprendizagem

1. Acesse a internet, encontre um fluxograma de produção de:
 - a) Açúcar.
 - b) Alcool.
2. Após encontrá-los, descreva o funcionamento do processo.
3. O *layout* da Figura 4.1 pode ser feito de outra maneira, mas com os mesmos objetivos. Refaça o *layout* de modo que se consiga descrever o processo de fabricação do açúcar e álcool.
4. O que é procedimento operacional padrão?
5. Quais os tipos de documentos técnicos que existem?



6. Escolha 3 tipos de documentos técnicos e os descreva.
7. Quais são os principais elementos de um laudo?
8. Quais são os principais elementos de um parecer técnico?

Referências

AGÊNCIA DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. **Controle de documentos**. Disponível em: <http://www.anvisa.gov.br/reblas/cursos/.../controle_documentos.ppt>. Acesso em: 12 mar. 2011.

APHA, AWWA, WEF. **Standard methods for examination of water and wastewater**. 20th ed. Washington D. C., 1998.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 14.724**: informação e documentação. Rio de Janeiro, 2005.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 17.025**: requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração. Rio de Janeiro, 2005.

BRASIL. **Código civil**. 46. ed. São Paulo: Saraiva, 1995.

CERVO, A. L.; BERVIAN, P. A. **Metodologia científica**: para uso dos estudantes universitários. 3. ed. São Paulo: McGraw-Hill do Brasil, 1983.

COLENGHI, V. M. **O&M e qualidade total**: uma integração perfeita. Rio de Janeiro: Qualitymark, 1997.

DUARTE, R. L. **Procedimento operacional padrão**: a importância de se padronizar tarefas nas BPLC. Curso de Boas Práticas de Laboratório Clínico. Rondônia, 2005.

EMBRAPA. Tratamento. In: **Programa de gerenciamento de resíduos químicos de laboratório da EMBRAPA aves e suínos**. Disponível em: <<http://www.cnpsa.embrapa.br/residuos/rotulag.html>>. Acesso em: 12 mar. 2011.

ESPINDULA, A. **Laudo pericial e outros documentos técnicos**. Conteúdo Jurídico, Brasília - DF: 20 dez. 2008. Disponível em: <<http://www.conteudojuridico.com.br/?artigos&ver=2.22509>>. Acesso em: 10 mar. 2011.

EVANGELISTA, R. Algumas considerações sobre as perícias judiciais no âmbito cível. **Revista IMESC**, n. 2, p. 51-57, 2000.

FAO. Food and Agriculture Organization of the United Nations. Alcohol production using an integrated pilot plant. In: **Renewable biological systems for alternative sustainable energy production**. Chapter 3 - Production of fuel alcohol from cellulosic biomass. FAO Agricultural Services Bulletin, 1997.

FERREIRA, A. B. H. **Dicionário Aurélio**. Rio de Janeiro – Brasil: Lexicon Informática Ltda., 1999.

FOUST, A. S.; WENZEL, L. A.; CLUMP, C. W.; MAUS, L.; ANDERSEN, L. B. **Princípios das operações unitárias**. 2. ed. Rio de Janeiro: LTC, 1982.

HARDING, H. A. **Administração da produção**. São Paulo: Atlas, 1981.

HARRIS, D. C. **Análise química quantitativa**. 7. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2008.

HOLLER, F. J.; CROUCH, S. R.; SKOOG, D. A. **Princípios de análises instrumental**. 6. ed. Porto Alegre: Editora Bookman, 2009.

INSTITUTO BRASILEIRO DE ENGENHARIA DE AVALIAÇÕES E PERÍCIAS DE ENGENHARIA DA PARAÍBA. **Glossário**. Disponível em: <<http://www.ibapepb.org.br/index.php?id=includes/glossario>>.

LEITE, F. **Validação em análise química**. 4. ed. Rio de Janeiro: Ed. Átomo, 2002.

MATOS, E.; PIRES, D. **Teorias administrativas e organização do trabalho**: de Taylor aos dias atuais, influências no setor saúde e na enfermagem. Texto contexto - enferm. [online]. 2006, v.15, n.3, p. 508-514.

PALADINE, E. P. **Controle de qualidade**: uma abordagem abrangente. 1. ed. São Paulo: Ed. Atlas, 1989.

SHREVE, R. N.; BRINK Jr. **Indústrias de processos químicos**. 4. ed. Rio de Janeiro: Editora Guanabara, 1997.

SKOOG, D. A.; HOLLER, F. J.; WEST, D. M.; CROUCH, S. R. **Fundamentos de química analítica**. 1. ed. São Paulo: Editora Thomson, 2005.

SOLOMONS, T. W. G.; FRYHLE, C. **Organic chemistry**. 10th ed. USA: John Wiley & Sons, Inc., 2009.

SZEZEBICKI, A. S.; PILATTI, L. A.; KOVALESKI, J. L. **Henry Ford**: a visão inovadora de um homem do início do Século XX. Publ. UEPG Ci. Hum., Ci. Soc. Apl., Ling., Letras e Artes, Ponta Grossa, 12 (2): 105-110, dez. 2004.

VOGEL, A. I.; JEFFERY, G. H.; BASSETT, J.; MENDHAM, J.; DENNEY, R. C. **Análise química quantitativa**. 5. ed. Rio de Janeiro: LTC, 1992.

Currículo do professor-autor

Alessandro Ribeiro de Sousa é Tecnólogo em Química Industrial pelo Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Goiás (IFG). É mestre em Engenharia do Meio Ambiente pela Universidade Federal de Goiás (UFG). É professor convidado do curso de pós-graduação em Engenharia de Segurança do Trabalho das disciplinas de Agentes Químicos e Produção na Pontifícia Universidade Católica de Goiás (PUC-Goiás). É professor do IESPE (Instituto de Pós-Graduação de Goiás) dos módulos de Riscos Químicos e PCRMEI (Produção e Controle de Riscos na Construção Civil, Indústria, Processos Industriais e Instalações). É servidor público federal na função de Técnico de Laboratório de Ciências no Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Goiás (IFG). Foi responsável técnico da Cooperativa de Serviços Especializados, Multicooper. Foi Químico responsável pelo controle de qualidade e processos químicos da 3A Produtos Químicos de Limpeza. Foi bolsista apoio técnico em projeto financiado pelo CNPq para avaliação da qualidade da água do Rio Meia Ponte em Goiânia, GO. Tem experiência na área de Química, com ênfase em análises de água, qualidade da água, laboratório de química, estruturação e montagem de laboratórios de química e ciências, atuando nos seguintes temas: reservatório, rio, fotossíntese, respiração, produção primária, algas, recursos hídricos e saneamento.



Orlene Silva da Costa é Engenheira Química pela Universidade Federal do Pará (UFPA), tem mestrado e doutorado em Hidráulica e Saneamento pela Universidade de São Paulo (USP). É professora de graduação no Curso de Química Industrial da Unidade, ministrando a disciplina Fenômenos de Transporte; no Programa de Mestrado de Engenharia Agrícola (PMEA). Ministra a disciplina Tratamento de Resíduos: Sólidos, Líquidos e Gasosos. Atua também como pesquisadora na linha de tratamento de resíduos e recursos hídricos na Unidade Universitária de Ciências Exatas e Tecnológicas (UnUCET) da Universidade Estadual de Goiás (UEG). É também professora e orientadora do Curso de Especialização de Planejamento e Gestão de Recursos Hídricos (CEPG-RH). É conselheira titular do Conselho Regional de Química da 12ª Região (CRQ-XII). Também atua como consultora das empresas H2Quality, Terra Consultoria, Calgon e Hidrodinâmica Ambiental na área de projetos, instalações e otimização de Estação de Tratamento de Efluentes (ETE), além de realizar treinamento técnico na área de meio ambiente: tratamento de efluentes, operação e monitoramento de ETES, e planejamento e gestão ambiental de empresas.



