



Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia - Catálise
Laboratório de Catálise e Fenômenos Interfaciais LACFI

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CENTRO DE CIÊNCIAS FÍSICAS E MATEMÁTICAS
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

Última Atualização: 30 / IX / 2010

SEGURANÇA DA QUALIDADE DE RESULTADOS -
SQR

Laboratório de Catálise e Fenômenos Interfaciais

LACFI-203

IC – CNPq:

Caio de O. Mendonça; Felipe G. Sobis; Jociane Bruch; Jorge A. Pedro

Pós-Graduação:

Alessandra F. da Silva; Lizandra M. Zimmermann; Marcelo Silva;
Muhammad Idrees

Professora:

Haidi D. Fiedler

Responsável técnico do SQR:

Maria da Graça Pereira Hoeller

RESUMO

O presente trabalho trata da **atualização** do primeiro exercício de segurança da qualidade do LACFI-203 publicado em 2005 (Souza *et al.*, 2005). Como resultado da primeira fase foi constatado que, após 5 anos de aplicação do Sistema de Qualidade dos Resultados (SQR), o mesmo confere mais confiabilidade quando se tem uma atualização constante do mesmo. Sob este ponto de vista, apresenta-se a seguir o registro desta segunda fase do SQR. De forma resumida este registro aborda, principalmente, as atualizações referentes aos novos instrumentos do LACFI-203. Cabe informar que todos os instrumentos possuem um registro individual de: i) usuários; ii) número de horas em operação; iii) o aluno responsável pelo bom desempenho do instrumento deverá seguir as instruções descritas como suas incumbências no ANEXO I – ATIVIDADES DO LAB 203 (item 7); e, iv) **PROTÓCOLOS PADRÕES** que foram desenvolvidos para as diferentes áreas de pesquisa e que sofrem constantes otimizações de acordo com a modernização do parque instrumental.

O termo qualidade relaciona-se com avaliação e permite aprovar, aceitar ou recusar qualquer coisa. Em química analítica esta definição envolve questões como, por exemplo, o correto acompanhamento das determinações a serem realizadas e a pré-idealização (desenho) de um experimento a ser executado. Estes procedimentos minimizam a propagação de erros, não apenas experimentais, mas também instrumentais e pessoais. O objetivo é de que todos os alunos e professores que utilizam o laboratório possam acompanhar os testes analíticos, tanto de rotina como das novas metodologias desenvolvidas.

ÍNDICE

1. CONTROLE DE QUALIDADE EM QUÍMICA	04
2. CONCEITOS IMPORTANTES.....	07
3. ERROS NA QUÍMICA ANALÍTICA.....	14
4.INTRACALIBRAÇÃO.....	16
5.INTERCALIBRAÇÃO.....	17
6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	17
7. ANEXO 1 – ATIVIDADES DO LAB 203.....	19
8. ANEXO 2– CONTROLE DA ÁGUA.....	25
9. ANEXO 3 – EQUIPAMENTOS E ALUNOS RESPONSÁVEIS DO LAB 203.....	33
10. ANEXO 4 - MATERIAL DE LIMPEZA DO LAB 203:TORRE DO INCT.....	36
11. ANEXO 5- ENQUADRAMENTO DO LAB-203 NO INCT – MCT.....	37
12. ANEXO 6- CONTROLE DE PARTÍCULAS –	39
13. ANEXO 7- PROCESSO DE PURIFICAÇÃO POR SUBLIMAÇÃO – PROTOCOLO 13.....	42

1. CONTROLE DE QUALIDADE EM QUÍMICA

Atualmente a qualidade não mais se restringe ao campo industrial, suas fronteiras e aplicações estão intensamente presentes na prestação de serviços e em diversas outras áreas da sociedade, como por exemplo, na pesquisa científica. Especificamente, com relação à qualidade do ar do interior dos laboratórios, o interesse vem aumentando, principalmente após a descoberta de que baixas taxas de troca de ar nestes ambientes ocasionam um aumento considerável na concentração de poluentes químicos e biológicos no ar (Brickus & Aquino Neto, 1999).

Para implementar e avaliar a aplicação do programa de qualidade de nosso laboratório pretende-se: i) acompanhar o desempenho dos diferentes instrumentos através da utilização de protocolos; ii) catalogar os protocolos otimizados pelos alunos nas diferentes análises utilizadas para o desenvolvimento de seus estudos em nível de iniciação científica, conclusão de curso e pós-graduação; iii) atribuir responsabilidades, referentes aos instrumentos, materiais, ácidos de lavagem do material de vidro, água para análise e estoque dos reagentes e, iv) manter a manutenção do desempenho da Capela de Fluxo laminar (CFL, TROX®) com atividades constantes de troca de filtros, bem como o registro de contagem das partículas fora da capela, principalmente as de 0,5 μm (tamanho este que confere a certificação da qualidade para ambientes externos; ver Anexo 6: Controle de material particulado). O LACFI-203 mantém o registro sistemático tanto do ambiente interno da CFL como externo desde 25 junho de 2003. Até o momento foram realizadas três verificações de qualidade do ar ambiente, cuja a avaliação dos resultados apresenta cada vez mais resultados promissores.

A segurança d qualidade é um sistema de Boas Condutas no Laboratório - GLP (*Good Laboratory Practice*), projetado com diferentes planos de atividades para

assegurar que o programa de controle de qualidade seja efetivo (*Principles for Good Laboratory Practice, OECD, Organization for Economic Cooperation and Development, 1987*). De fato, adotar um sistema GLP é o início do processo de garantia de segurança de qualidade dos dados analíticos, e trata, essencialmente, do processo organizacional e das condições nas quais os estudos laboratoriais são planejados, realizados, monitorados e registrados. Ainda, este processo deve ser acompanhado através da apresentação ou publicação de fácil acesso (p. ex. no site do Grupo LACFI) do relatório completo com suas subseqüentes atualizações periódicas. Este fato permite que outras pessoas possam repetir os trabalhos desenvolvidos, assegurando suas reprodutibilidades.

O principal objetivo da GLP é submeter dados confiáveis / seguros, onde recomenda-se as melhores metodologias para: i) controle de pessoal e organização do laboratório; ii) programa de garantia da qualidade; iii) instalações, equipamentos, materiais e reagentes; iv) sistemática dos experimentos (protocolos); v) registros adequados de amostras experimentais e padrões de referência; vi) procedimentos de operação padronizados, incluindo **precauções em relação à segurança e saúde**; vii) descrição completa dos experimentos e justificativa da escolha do método; viii) relatórios dos resultados; e ix) estocagem e manutenção de registros e materiais.

O controle de qualidade é um **sistema projetado para obter resultados com qualidade assegurada**, em relação a análises e materiais específicos para o controle da qualidade do trabalho. O controle de qualidade envolve:

- Conhecimento preciso das necessidades do operador.
- Qual é o nível de incerteza aceitável.
- Método correto de amostragem (representatividade da amostra).

- Método analítico apropriado (validado para a matriz da amostra em estudo).
- As determinações devem estar registradas (evitando possibilidades de erros, perda de informações, ou identificação da amostra de forma incorreta).
- Procedimento experimental completo deve ser registrado (deve permitir que outra pessoa possa repetir o trabalho no futuro).
- Informe claro para qualquer pessoa (escrito em linguagem científica, sem ambiguidades).

Ainda, a **QUALIDADE** somente pode ser assegurada se as análises forem realizadas por um laboratório que adota uma gestão completa das determinações desempenhadas, com **SISTEMAS** apropriados para registrá-las. Citam-se como exemplos:

- Manutenção e inspeção dos equipamentos (p.ex.: quando as balanças e outros equipamentos foram calibrados?);
- Metodologia adequada para registrar os resultados (não devem ser guardados em folhas avulsas);
- Gestão profissional dos materiais de laboratório (por quanto tempo determinados padrões e reagentes podem permanecer estocados?);
- A equipe deve ser competente para realizar o trabalho e sempre seguir os princípios da Boa Conduta em Laboratório (GLP - *Good Laboratory Practice*, ver Kateman & Buydens, 1993).

Para que o sistema de qualidade esteja completo e que os erros sistemáticos possam ser identificados, além dos erros eventuais, existe a necessidade de que o

laboratório seja avaliado por verificação externa (*Accreditation and Quality Assurance in Analytical Chemistry, 1994*). Assim, os resultados obtidos estariam sujeitos a comparação periódica com aqueles obtidos em outro **laboratório autorizado oficialmente para o tipo de análise requerida** (para o caso de artigos científicos o credenciamento é realizado com laboratórios organizados em rede com reconhecimento internacional e oficial).

Desta forma surgiram grandes redes de laboratórios, principalmente nos Estados Unidos e Europa, preocupadas com iniciativas para determinações analíticas validadas (*Quality in the Analytical Chemistry Laboratory, 1998*). A preocupação com a validade das determinações analíticas implica em:

- Melhorar a qualidade das determinações analíticas;
- Facilitar o reconhecimento mútuo dos dados analíticos entre laboratórios, ou parceiros comerciais e também nas relações de padronização, normatização, leis, etc.;
- As determinações devem ser realizadas seguindo protocolos de métodos validados;
- Protocolos de segurança da qualidade devem ser incorporados ao uso de materiais de referência certificados, CRM (ver ISO GUIDE 30, 1981);
- Caso dois ou mais laboratórios trabalhem em parceria, devem solicitar estimativas independentes dos seus desempenhos, bem como suas aprovações dentro dos sistemas de segurança da qualidade, em sistemas de padronização oficialmente reconhecidos para licenciá-los.

Os laboratórios preocupados com o reconhecimento oficial de suas análises devem orientar seus analistas e empregados a aceitarem e seguirem os princípios básicos da GLP para obterem resultados que se enquadrem dentro das suas

competências e habilidades profissionais.

2. CONCEITOS IMPORTANTES

Qualidade é um conceito que está relacionado com avaliação e, conseqüentemente, permite aprovar, aceitar ou recusar qualquer coisa. Entretanto, em química analítica esta definição deve ser expandida. Assim, deve-se perguntar: “**por que você quer a análise e o que você quer fazer com ela para então decidir como vai realizá-la**”.

Qualidade em laboratórios analíticos implica em resultados que alcançam as necessidades específicas do operador e para isso, deve existir uma discussão prévia à análise. Também deve atrair a confiança de todos os que fazem uso dos resultados, principalmente no momento de submeter um artigo cujo trabalho foi realizado em um laboratório que possui um sistema de segurança da qualidade de resultados.

Em geral, para laboratórios participantes de programas de harmonização de metodologias analíticas em amostras ambientais complexas, é importante que se trabalhe em ambientes limpos. Ainda, quando as determinações são em níveis muito baixos (traços) é ideal ter salas limpas ou câmaras (capelas de fluxo laminar). Estes ambientes estão internacionalmente definidos como salas ou câmaras nas quais o insuflamento, a filtragem e distribuição do ar, os materiais de construção e os procedimentos operacionais correspondem a exigências de controle na concentração de partículas no ar, com o objetivo de atingir os níveis de limpeza definidos pela última edição da *US Federal Standard 2009* (padrão ISO). O nível de contaminação de uma sala limpa, em termos de partículas, é da ordem de um milhão de vezes menor que aquele presente num ambiente natural (Torreira,1990).

O LACFI- 203 possui uma câmara limpa (TROX série 2061, modelo FLV-CLII-

B2) que funciona utilizando sistemas de ventiladores de insuflamento e exaustão, além de filtros especiais, visando obter uma atmosfera com um número de partículas em suspensão controlada. A contagem do número de partículas é realizada pelo Núcleo de Manutenção da UFSC, o qual está credenciado pelo IMETRO, e utiliza um aparelho de contagem de partículas tipo: MEI-ONE 277-B, calibrado pela Instrutécnica (São Paulo, ver Anexo 06).

O controle de qualidade exerce um papel importante na garantia da confiança dos resultados analíticos. O controle de qualidade se refere às medidas tomadas para assegurar a exatidão e a precisão dos resultados analíticos, e geralmente se fundamenta em um procedimento padrão de operação, desde a preparação de uma amostra (ou quando necessário a coleta) até como calcular os resultados a partir dos dados obtidos.

O procedimento padrão de operação deve descrever as etapas como: i) preparação (ou a coleta da amostra), ii) a conservação da amostra, iii) o preparo de padrões, iv) purificação dos compostos utilizados. Aqui, cabe salientar que para o caso específico das sondas utilizadas nas determinações em nível molecular (caso da fluorimetria) quando as mesmas não foram sintetizadas no laboratório, como as comerciais (caso do nafatalelo ou pireno) as mesmas “devem” ser purificadas (devido a importância do Protocolo de purificação por sublimação o mesmo encontra-se em anexo, ver **ANEXO 07**,) ou compradas com a especificação “Purum for Fluorescence”; v) limpeza dos recipientes, vi) calibração do equipamento e manutenção periódica.

A avaliação da qualidade envolve uma rotina de coleta de dados para mostrar que todos os métodos estão sob controle, ou seja, estão operando dentro dos limites estabelecidos. Esses dados demonstram aos usuários que os resultados são confiáveis.

Por exemplo, os dados da avaliação de qualidade devem mostrar que:

- As curvas de calibração satisfazem os critérios para linearidade.
- Os padrões são analisados com exatidão e precisão.
- As amostras do branco dão os resultados esperados.

Os procedimentos padrões de operação (protocolos) que indicam quais as etapas a serem seguidas e como elas serão efetuadas são o alicerce da avaliação da qualidade. Um laboratório que funciona bem segue os procedimentos padrões de operação. O uso desses procedimentos evita a tendência natural das pessoas de seguirem atalhos baseados em suposições que nem sempre são verdadeiras. Os procedimentos padrões de operação também especificam como os instrumentos devem ser mantidos e calibrados para assegurar sua confiabilidade.

A validação do método é o processo que prova que um método analítico é aceitável para os propósitos a que ele se destina. Ela inclui: especificidade, linearidade, exatidão, precisão, faixa de concentração, limite de detecção, limite de quantificação e robustez. A seguir apresenta-se uma relação das principais definições que podem ser encontradas em bons livros de química analítica (Harris, D.C., *Análise Química Quantitativa*, 6ª edição, LTC, 2005).

Especificidade

A especificidade é a capacidade de um método analítico de distinguir o analito (espécie que vai ser medida) de todo o resto que se encontra presente na amostra. O método se torna específico, ou seja, seletivo, quando é possível realizar a medida do analito na presença de outros concomitantes da matriz sem nenhuma alteração do resultado (interferência). Quando desenvolvemos um método, temos de decidir quais interferentes devemos deliberadamente adicionar a um padrão para testar a

especificidade.

Linearidade

A linearidade mede o quanto um gráfico da resposta analítica em função da concentração do analito segue uma linha reta. A linearidade pode ser verificada através de uma curva de calibração com cinco soluções padrões varrendo uma faixa de 0,5 a 1,5 vezes a concentração esperada do analito. Cada padrão deve ser preparado e analisado três vezes, ou seja, esse procedimento exige $3 \times 5 = 15$ medidas do padrão mais 3 diferentes brancos. Uma medida superficial da linearidade, mas de uso muito comum, é o quadrado do coeficiente de correlação, R^2 . R^2 tem de ser muito próximo de 1 para representar um ajuste realmente linear e sua equação é apresentada a seguir:

$$R = \frac{[\sum(x_i - \bar{x})]^2}{\sum(x_i - \bar{x})^2 \sum(y_i - \bar{y})^2}$$

Onde \bar{x} é a média de todos os valores de x e \bar{y} é a média de todos os valores de y .

Exatidão

A exatidão define a proximidade do valor verdadeiro. A exatidão pode ser verificada de 3 maneiras:

1. Análise de um material de referência padrão em uma matriz semelhante à da amostra desconhecida. O método usado na análise deve fornecer o valor certificado do analito no material de referência, dentro da precisão do método usado.
2. Resultados provenientes de dois ou mais métodos analíticos diferentes

devem ser comparados. Eles devem concordar dentro da precisão esperada para cada método.

3. Adição do analito onde uma quantidade conhecida do analito é adicionada à amostra desconhecida.

Precisão

A precisão é a reprodutibilidade de um resultado. A precisão de um instrumento é a reprodutibilidade observada quando a mesma quantidade de uma mesma amostra é repetidamente introduzida em um instrumento. Normalmente, 10 medidas repetidas são feitas para avaliar a precisão do instrumento.

A precisão da metodologia empregada é avaliada com análises de alíquotas de uma amostra no mesmo equipamento. Cada medida é independente, de modo que a precisão está nos dizendo o quão reprodutível o método analítico pode ser. Espera-se que a precisão do método seja maior que a do instrumento, pois existem mais etapas envolvidas.

Faixa de concentração

É o intervalo de concentração no qual a linearidade, a exatidão e a precisão são aceitáveis. Também é chamada de faixa de trabalho.

Limites de Detecção e Quantificação

O limite de detecção é a menor quantidade de analito que é significativamente diferente de um branco e pode ser calculado como segue:

1. Medir o sinal de 10 amostras do branco.

2. Calcular o desvio-padrão (σ) das medidas.
3. Utilizar a equação: $LOD = \frac{3\sigma}{S}$ onde σ é o desvio padrão das medidas das 10 amostras do branco e S é a inclinação da curva de calibração. A unidade do limite de detecção será a unidade de concentração usada na curva de calibração, pois o desvio-padrão tem a unidade de medida do instrumento e a inclinação da curva tem a unidade de medida do instrumento dividida pela concentração.

O limite de detecção do instrumento é obtido através de medidas repetidas de alíquotas provenientes de uma mesma amostra do branco. O limite de detecção do método é obtido através de medidas de amostras individuais do branco, ou seja, cada amostra do branco está sujeita a todo o procedimento de preparo e de análise da amostra.

Uma amostra cuja concentração está no limite de detecção pode ser distinguida de um branco, mas o sinal proveniente da amostra é muito ruidoso para ser determinado com exatidão. Por isso, usamos o limite de quantificação. O **limite de quantificação** é normalmente considerado como sendo **3 vezes o limite de detecção** e pode ser medido com mais exatidão. Geralmente, consideramos que uma amostra entre os limites de detecção e de quantificação está na região de detecção, mas não na região de quantificação.

Robustez

A robustez é a capacidade de um método analítico não ser afetado por pequenas variações deliberadamente feitas nos parâmetros de operação. Por exemplo, um método cromatográfico é robusto se ele continua dando resultados aceitáveis quando são feitas

pequenas variações na composição do solvente, no pH, na concentração do tampão, na temperatura, no volume de injeção e no comprimento de onda de detecção.

Branco

Um método analítico deve determinar com exatidão a concentração do analito como deve confirmar a ausência do analito nos brancos apropriados. A análise dos brancos também permite avaliar o quanto as amostras podem ter sido contaminadas pela manipulação, pelo armazenamento e por reagentes que foram usados para preservação, preparo e análise da amostra. Medidas frequentes dos brancos também permitem detectar se analitos provenientes de amostras previamente analisadas estão contaminando as novas análises, por estarem aderidos aos recipientes ou aos instrumentos.

Um branco para o método é uma amostra que contém todos os constituintes exceto o analito, e ele deve ser usado, caso necessário, durante todas as etapas do procedimento analítico. Sempre que a preparação da amostra envolver digestão, filtração e pré-concentração, a mesma preparação também é aplicada para o branco do método. Uma resposta analítica do branco do método pode ser devida a traços do analito em reagentes e recipientes, ou a interferências causadas por outras espécies que não o analito. Subtraímos a resposta do branco do método da resposta da amostra real antes de calcularmos a quantidade de analito na amostra.

Um branco do reagente é semelhante ao branco do método, mas não foi submetido a todos os procedimentos de preparo da amostra. O branco do método é a estimativa mais completa da contribuição do branco para a resposta analítica.

3. ERROS NA QUÍMICA ANALÍTICA

A Química Analítica no seu caráter de ciência metrológica dispõe de métodos matemáticos para avaliar e quantificar os erros das metodologias aplicadas na determinação de características específicas de amostras a serem analisadas. Os erros nas ciências experimentais são fundamentalmente de três tipos: Erros Grosseiros, Erros Sistemáticos e Erros Aleatórios. Os primeiros são normalmente de fácil detecção porque produzem medições substancialmente fora do esperado, o que facilita a identificação do agente causador do erro.

Os **erros sistemáticos** são normalmente decorrentes de má condução da experiência, má calibração dos instrumentos, descuidos de planejamento do experimento. Em qualquer dos casos resultam na distorção da medição, alterando todos os resultados e causando um desvio acentuado do valor correto, influenciando na exatidão dos resultados. O erro sistemático é um erro reprodutível que pode ser detectado e corrigido.

Erros aleatórios resultam dos efeitos de variáveis que não são controladas nas medidas. A probabilidade do erro ser positivo ou negativo é a mesma. Ele está sempre presente e não pode ser corrigido. Existe um erro aleatório associado à leitura de uma escala, por exemplo. Outro tipo de erro aleatório é aquele devido ao ruído elétrico (aleatório) de um instrumento. Flutuações positivas e negativas ocorrem com frequências praticamente iguais e não podem ser completamente eliminadas.

Para erros sistemáticos, ao contrário dos erros aleatórios, o incremento no número de replicatas não possibilita a sua identificação, uma vez que eles se repetem sistematicamente. Exceto nos casos nos quais o valor correto é conhecido com antecedência, não é possível identificar os erros sistemáticos apenas por observação dos

dados, o que pode gerar conclusões errôneas.

Os processos de diminuição dos erros sistemáticos devem ter em conta três principais atitudes:

1. Identificação inicial das possibilidades de ocorrência de erros sistemáticos na metodologia;
2. Um cuidadoso planejamento de todas as etapas da experiência;
3. Uso de materiais e padrões de qualidade e métodos validados;
4. Exercícios de intra e intercalibração.

A existência de erros sistemáticos em trabalhos analíticos aparece claramente nos exercícios de intercalibração, já que um mesmo tipo de análise em laboratórios diferentes deve conduzir a resultados similares. Na prática verifica-se que muitas vezes essa suposição ocorre mais como exceção do que regra. As diferenças de resultados ultrapassam muito que seria de esperar na base de erros aleatórios. A gravidade dessas situações, com sérias implicações para os resultados analíticos, levou ao desenvolvimento de metodologias de padronização que, em geral, envolvem uma rede de laboratórios.

4. INTRACALIBRAÇÃO

Os dados da Tabela 1 são os resultados de uma intracalibração para validação do Método da Ditizona/Triton (Fiedler, H. *et al.*, 2004) e do Método do Eletrodo Seletivo, utilizados em nosso laboratório para determinação de Cd(II).

Foi determinada a concentração de uma solução de $4,45 \times 10^{-5}$ mol L⁻¹ de Cd (II) tamponada em pH 7,0, utilizando o tampão tris 0,10 mol L⁻¹, por ambos os métodos. As devidas curvas de calibração foram construídas; e os sinais, com relação à solução problema, respectivos a cada método, convertidos em concentrações. A tabela 1

apresenta os resultados obtidos com os erros relativos para cada um dos métodos. Observa-se que o erro relativo é semelhante nos dois métodos e que ambos mostram-se adequados para a determinação de Cd(II) nesta faixa de concentração e com matrizes de composição semelhante daquela descrita acima.

Tabela 1 – Concentração de Cd(II) livre encontrados em ambos os métodos.

Método	Conc. Cd(II)
Método da Ditizona/Triton	$(4,47 \pm 0,06) \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$
Método do Eletrodo Seletivo	$(4,49 \pm 0,05) \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$

5. INTERCALIBRAÇÃO

Durante o processo de credenciamento de um laboratório dentro de uma rede de laboratórios, o mesmo é submetido a alguns testes sendo alguns deles intercomparativos. Esta intercomparação pode ser realizada com aplicação da mesma técnica analítica para uma mesma amostra em diferentes laboratórios ou com técnicas diferentes, mas ainda com a mesma amostra. Estes testes revelam o “bias”, o erro, de cada técnica realizada pelo laboratório a ser credenciado, em relação a laboratórios já credenciados.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ACCREDITATION AND QUALITY ASSURANCE IN ANALYTICAL

CHEMISTRY. Ed. GÜNZELER, Helmut, Alemanha, 1994. 266 p.

AQUACON-MedBAS PROJECT, Subproject No. 5, Freshwater analysis (EUR 17347 EN), 1997.

BRODERICK, B. E. Et al. A journey through quality control, **Mikrochimica Acta**, Austria, v. 2,523542, 1991.

BRICKUS, L. S. R; NETO, F.R. de A. A qualidade do ar de interiores e a química. **Química Nova**, v.22, n. 1, 1999.

FIEDLER, H.D; WESTRTUP, J.L.; PAVEI, A.P.; CHAGAS, C.U.; SOUZA, A. J., NOME. Cd(II) determination in the presence of micellar solutions, **Talanta**, v. 64, p 190-195, 2004.

HARRIS, D.C.; Análise Química Quantitativa, 6ª Ed. LTC, Rio de Janeiro- RJ, 2005, p 704.

HUBER,L.; ROGERS, J. A. Laboratory accreditation, Part:2: Preparing and implementing accreditation, **International Laboratory**, 10-12, março, 1995.

ISO GUIDE 30. Terms and definitions used in connection with reference material, certification of reference material- General and statistical principles. International Organization for Standardization: Geneva. Suíça. 1981.

KATEMAN, G.; BUYDENS, L. **Quality control in analytical chemistry**. Ed. J. D. Winefordner. v. 60, John Wiley & Sons, Inc.:., 1993. 317 p.

MILLER, J.C.; MILLER, J.N. **Statistics for Analytical Chemistry**. 3. ed. Ed. Ellis Horwood PTR Prentice Hall, 1993, 233 p.

PRICHARD, F. E.; CROSBY, N. T.; DAY, J. A.; HARDCASTLE, W. A.; HOLCOMBE, D. G.; TREBLE, R. D. **Quality in the Analytical Chemistry Laboratory**. Ed. NEWMAN, E. J., ACOL, U.K., 1998. 307 p.

SAPELLI, E.; BRANDÃO, T.A.S. FIEDLER, H.D.; NOME, F. *Journal of Colloid and Interface Science*, **2007**, 314, 214.

SOUZA, A.J.; ORTH, E.S.; BEDENDO, G.C.; FIEDLER, H.D. Análise de Amostras Ambientais. Segurança da Qualidade dos Resultados. Artigo permanentecientífico/Técnico. [www. ecoterrabrasil.com.br](http://www.ecoterrabrasil.com.br) **2005**.



Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia - Catálise
Laboratório de Catálise e Fenômenos Interfaciais LACFI

TORREIRA, R.P. **Salas Limpas**, Ed. Hemus Editora Limitada, [1991]. 318 p.

ANEXO I – ATIVIDADES DO LAB 203

Dentro do Laboratório de Catálise e Fenômenos Interfaciais, Lab 203, algumas medidas foram adotadas com a finalidade de se obter um laboratório limpo e com controle de qualidade nas medidas.

1. Reunião do laboratório

O laboratório LACFI possui uma reunião agendada toda segunda-feira às 8:30 h – 11:30 h coordenada pelo Prof. Faruk e uma sub reunião do Lab-203, sempre que a reunião do grande grupo não é realizada, sendo o objetivo principal tratar problemas de ordem prática relacionados com o SQR (coordenada pela Prof^a. Haidi).

2. Acesso ao laboratório

Recentemente o LACFI-203 passou por uma reforma onde a sala dos computadores foi separada do laboratório. Com isso, os alunos deverão entrar no laboratório usando o guarda-pó (jaleco) sempre limpo. O guarda-pó, além de ser um item de segurança do usuário, tem como finalidade evitar a entrada de poeira que fica incrustada nas roupas.

No caso dos sapatos, deverá ser feito o uso correto de tapetes próximo à porta de entrada do laboratório. Todos que trabalham devem ter em mente que o laboratório pretende ser um laboratório “branco”.

Deve-se evitar a entrada de pessoas no laboratório que não pertençam ao grupo. As pessoas devem ser recebidas somente na sala dos computadores.

3. Limpeza das vidrarias

A limpeza das vidrarias é especial para evitar problemas de contaminação por metais, cuja presença pode causar erros nas medidas, como por exemplo, a supressão

da fluorescência de uma sonda ou uma determinação de um cátion por cromatografia iônica.

Toda a vidraria usada deve ser lavada com detergente em água corrente, rinsada com um pouco de acetona para remoção de compostos orgânicos e só depois colocada na cuba contendo ácido nítrico 40% v/v localizadas na capela. Existe um documento específico no controle de qualidade do laboratório para limpeza de vidraria. **O tempo de permanência necessário no ácido é de 24 horas, com exceção das cubetas de quartzo ou de vidro, onde o tempo é de 30 minutos.** Observou-se que as cubetas no tempo de 24 horas sofrem danos de descolamento, ou seja, a cola é atacada pelo ácido. Uma alternativa é deixar 24 horas em ácido 10 % v/v.

Depois do devido tempo de permanência no ácido, a vidraria deve ser lavada com água desionizada no mínimo por 3 vezes, evitando qualquer resíduo de ácido que possa prejudicar uma análise que seja influenciada pelo pH. Para a secagem da vidraria, o local mais adequado é uma bandeja com papel toalha colocada na capela Trox. Assim que a vidraria estiver seca, retirar da capela e colocar em saco plástico, fechar e colocar no seu lugar de origem. Não deixar a vidraria por muito tempo na capela Trox para evitar o acúmulo de material impossibilitando o uso.

Uma observação importante é o número de cubas de ácido para todo o pessoal do laboratório. Existem 4 cubas de ácido, devendo cada cuba ser usada por no máximo 2 alunos, tornando viável o rodízio de limpeza da vidraria. Outra observação é a substituição do ácido nítrico da cuba que deve ser feita anualmente. Sendo assim, os alunos devem ter a data de preparação do ácido registrada na cuba. Para preparar 1 litro de ácido nítrico 40% v/v para limpeza, deve-se adicionar 400 mL de ácido nítrico PA à 600 mL de água destilada.

4. Alguns cuidados no laboratório

- Cada aluno deve manter sua vidraria limpa e no seu devido lugar;
- Soluções para uso posterior precisam ser rotuladas (identificação e data) e mantidas no suporte individual;
- Se possível, dentro das condições de espaço, manter os suportes com as soluções em uso dentro dos armários;
- Manter as bancadas limpas e organizadas;
- Manter as capelas somente com os reagentes que precisam ser mantidos no local, como é o caso dos ácidos;
- A vidraria para limpeza no ácido precisa estar totalmente imersa e apenas por 24h (exceção das cubetas, 30 min);
- A vidraria, após ser retirada do ácido, deve ser muito bem limpa. O enxágue com água desionizada precisa ser repetido por no mínimo três vezes e de preferência ficar algumas horas de molho nessa água;
- As pipetas devem ser usadas sempre no suporte e as ponteiros devem ser removidas das pipetas logo após o uso. Não se pode deixá-las nas bancadas;
- Manter na geladeira somente soluções e reagentes que ainda estão em uso;
- Os reagentes devem ser guardados nos armários logo após o uso;
- Para utilizar os padrões de metais na forma de solução, nunca pipetar diretamente do frasco original, evitando assim a contaminação de todo o padrão.

Deve-se transferir para outro frasco pequeno e limpo, e depois pipetar. Não retornar a solução do frasco pequeno, contendo o padrão, para o frasco original.

Rotular o frasco pequeno para uso posterior;

- Quanto aos padrões sólidos, nunca utilizar a espátula diretamente no frasco. Primeiro transfira uma pequena quantidade para um frasco pequeno e limpo. Depois retire a quantidade desejada. Não retornar o que sobrou para o frasco original. Rotular o frasco para uso posterior e guardar na bancada de quem fez uso do material;
- Após o uso da balança analítica o aluno deverá limpar o local com todo cuidado e retirar todo material usado para que o próximo aluno possa usá-la;
- Quando usar qualquer equipamento no laboratório, deve-se registrar no caderno do próprio equipamento o nome do usuário e o horário de início e término do uso.
- Cada aluno deve ter seu caderno de laboratório para registro de todos os experimentos, contendo a data e todos os parâmetros do equipamento. O caderno deve permanecer no laboratório.

5. Limpeza do laboratório

A limpeza das bancadas e a organização do laboratório deverá ser mantida diariamente pelos alunos. Em relação ao piso do laboratório, existe uma funcionária terceirizada do Departamento de Química que presta esse serviço, além de recolher o lixo. Os produtos utilizados nessa limpeza são comprados pelo laboratório (taxa de bancada), o que inclui a cera líquida, que deve ser usada a cada 15 dias para atuar como

impermeabilizante e aderente e ajudar a preservar melhor o piso. O álcool deve ser usado para limpar os teclados dos computadores dos equipamentos e as mesas/armários dos alunos.

A cada 15 dias (após a reunião geral do LACFI de segunda-feira) é realizada uma organização geral no laboratório como: 1) revisão da geladeira, e descarte de soluções (quando necessário), 2) organização de vidrarias estocadas nas bancadas, 3) manutenção de equipamentos, 4) bem como limpeza e manutenção de filtros da Capela TROX e, 5) atualização de antivírus nos computadores, etc.

Uma vez por ano se faz necessária uma limpeza mais eficiente, envolvendo todos os alunos do laboratório. Nessa limpeza, deverão estar inclusos os canos, quadros, capelas (dentro e fora), tubulações, armários. O laboratório deverá ficar extremamente limpo. Logo depois dessa limpeza geral, o ideal é realizar a medição de controle de partículas no ambiente e que seja feita por um equipamento certificado pelo INMETRO (ver ANEXO 06, cópia do laudo da última avaliação. Desde 2003 as avaliações vem sendo arquivadas no controle interno do LACFI-203 e o laudo original deverá ser entregue para a Prof^ª. Haidi e cópia para o responsável técnico do SQR, Grace Hoeller).

E-mail compra material limpeza/higiene: atavitor@matrix.com.br (Atacado Vitório)

Telefone Medição de partículas: (Sr. Toninho, ramal 9552, Núcleo de Manutenção da UFSC)

6. Protocolos e o desempenho dos equipamentos

Os protocolos são utilizados tanto para o aprendizado dos novos integrantes do

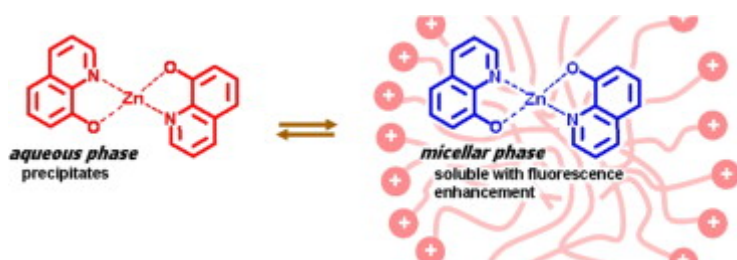
LAB-203 de uma determinada técnica analítica, como para a verificação temporal das condições de cada equipamento e, eventualmente, para verificação de uma possível contaminação, principalmente quando a determinação é realizada em nível molecular (ver o caso do fluorímetro). Abaixo, como forma de ilustração do meio físico de determinação, apresenta-se o *Graphical abstract** (Sapelli et al., 2007) do protocolo da determinação do Zn(II), em meio micelar o qual, atualmente, encontra-se em fase de otimização.

Portanto, todos esses parâmetros são avaliados através de protocolos previamente selecionados. A seguir apresenta-se os equipamentos com maior sensibilidade analítica e os protocolos selecionados para a conferência e a checagem dos mesmos:

- **Espectrofluorímetro:** Protocolo nº 11 – Quinina (1ª parte - performance)

N.B.) A pureza de todos os reagentes utilizados é muito importante, principalmente quando as sondas utilizadas não foram sintetizadas no próprio laboratório, ou seja, as de origem comercial (ver pág. 9, item (iv) purificação dos compostos utilizados).

* *Graphical abstract*



- **Espectrofotômetro** UV-Vis: Protocolo nº 14 - Determinação de área superficial pelo método do azul de metileno (1ª parte performance)

Realiza-se a calibração com o **Material de Referência** NIST no comprimento de onda de 440 nm; em absorvância **(1) = 0.305; (2) = 1.145; (3) = 1.391 e (4) = 2.184** acompanhados de seus respectivos valores de transmitância.

- **Cromatógrafo**: Protocolo nº 9 – Magnésio (1ª parte - performance)
- EasyLife V-Optical Building Blocks (Fluorescence lifetime system = **Sistema de tempo de vida de fluorescência** com sensibilidade de 400 pM ou melhor) **LEDs** (Light-Emitting Diodes; patente PTI; pulsos em nanosegundos)
Protocolo nº 8 – Fluoresceína (1ª parte - performance)
- **Sistema de titulação** (765 Dosimat; Metrohm):
Protocolo nº 15 – Procedimentos e controle do sistema de titulação

7. Responsabilidades dos alunos

No LACFI-203 os alunos são responsáveis pela manutenção dos equipamentos. A seguir apresenta-se a lista dos equipamentos e seus responsáveis (ver ANEXO 03).

ANEXO 2 – CONTROLE DA ÁGUA

Texto extraído de:

<http://www.scribd.com/doc/2429826/AGUA-PARA-LABORATORIOS-E-OUTROS-FINS-ESPECIAIS>

PADRÕES DE QUALIDADE DE ÁGUA PARA LABORATÓRIO

Para atender a crescente sensibilidade exigida em suas pesquisas, várias organizações profissionais têm estabelecido padrões de qualidade de água. Esses grupos, nos Estados Unidos, incluem o *National Committee for Clinical Laboratory Standards* (NCCLS - Comitê Nacional para Padrões de Laboratórios Clínicos), o *College of American Pathologists* (CAP - Colegiado dos Patologistas Americanos), a *Association for Advancement of Medical Instrumentation* (Associação para o Avanço da Instrumentação Médica- AAMI) e a *American Society for Testing and Materials* (ASTM - Sociedade Americana para Ensaio e Materiais); em nível internacional podemos citar, entre outros, a Organização Mundial de Saúde (OMS) e órgãos específicos da Comunidade Econômica Européia. Como exemplo, o NCCLS especificou quatro tipos de água, de acordo com suas respectivas aplicações, que são definidos a seguir:

Água Tipo I: pode ser considerada como a água de qualidade “ideal”, isto é, a água com a melhor qualidade possível de ser obtida com a tecnologia disponível atualmente para tratamento e purificação de água. Deve ser usada em métodos de análise que requeiram mínima interferência e máximas precisão e exatidão (absorção atômica, espectrometria de emissão de chama, traços de metais, procedimentos enzimáticos sensíveis a traços de metais, eletroforese, cromatografia líquida de alta resolução, fluorometria); preparação de soluções-padrão e de soluções tampão; processos onde a presença de microorganismos deve ser mínima. A água tipo I deve ser usada no momento em que é produzida; não deve ser estocada, pois sua resistividade diminui, podendo ocorrer lixiviação de metais e/ou compostos orgânicos do frasco de estocagem e também desenvolvimento / contaminação bacteriana.

Água Tipo II: métodos analíticos e processos onde é tolerada a presença de bactérias: reagentes em geral, sistemas de microbiologia e métodos / processos aos quais não é necessário o uso da água tipo I e da água para aplicações especiais.

Água Tipo III: para lavagem de vidraria em geral, produção de água de maior grau de pureza e preparação de culturas bacteriológicas.

Água Tipo IV para Aplicações Especiais: utilizada em procedimentos que requerem a remoção de contaminantes específicos - remoção de pirogênicos para cultura de tecidos / células e remoção de traços de orgânicos para cromatografia líquida de alta resolução.

As tabelas a seguir mostram os padrões de qualidade de água dos tipos I, II e III e os principais padrões de qualidade de água tipo I adotados por três respeitadas instituições dos EUA –NCCLS, CAP e a ASTM:

TABELA 1 - Especificações do NCCLS para "Água Grau Reagente"

PARÂMETRO	TIPO I	TIPO II	TIPO III
Bactérias (UFC / ml)	≤ 10	≤ 1000	Não
pH	Não	Não	5 - 8
Resistividade a 25 °C (MΩ.cm)	≥ 10	≥ 1	≥ 0,1
Condutividade a 25 °C (μS / cm)	≤ 0,1	≤ 1	≤ 10
SiO ₂ (mg / l)	≤ 0,05	≤ 0,1	≤ 1
Sólidos Totais (mg / l)	≤ 0,1	≤ 1	≤ 5
Carbono orgânico oxidável total	≤ 0,05	≤ 0,2	≤ 1

TABELA 2 - Padrões de Água Tipo I adotados nos EUA

PARÂMETRO	NCCLS	CAP	ASTM
Resistividade mínima (MΩ.cm, 25°C)	10,0	10,0	18,0
Condutividade máxima(μS/cm, 25°C)	0,1	0,1	0,056
Silicatos, máximo (mg / l)	0,05	0,05	0,003
Diâmetro máximo de material particulado (μm)	0,2	0,22	0,2
Microorganismos - n°. máximo de unidades formadoras de colônia por mililitro (UFC / ml)	10	10	Tipo I-A: 10/1000 ml Tipo I-B: 10 / 100 ml Tipo I-C: 10 / 10 ml

NOTA: a resistividade e a condutividade da água tipo I devem ser medidas em linha; a medição em recipientes pode dar resultados falsos nesse caso específico.

CONTAMINANTES PRESENTES MAIS FREQUENTEMENTE NA ÁGUA

A seguir, são descritos 4 tipos de contaminantes encontrados comumente na água;

Material Particulado: inclui, principalmente, sílica, resíduos desagregados do metal de tubulação e colóides. Estas partículas em suspensão podem entupir filtros, válvulas, tubos e membranas de ultrafiltração e de osmose reversa. O material particulado é visível como uma névoa ou turbidez e é detectado através de filtração combinada com métodos gravimétricos ou através de microscopia.

Materiais Inorgânicos Dissolvidos (sólidos e gases): íons cálcio e magnésio (Ca^{2+} e Mg^{2+}) dissolvidos de formações rochosas; gases, como o dióxido de carbono (CO_2), que se ioniza na água e forma ácido carbônico; silicatos lixiviados de leitos arenosos de rios ou de recipientes de vidro; íons ferroso (Fe^{2+}) e férrico (Fe^{3+}), liberados de tubos e superfícies de ferro; íons cloreto e fluoreto, de estações de tratamento de água; fosfatos, de detergentes e fertilizantes; nitratos, de fertilizantes; íons alumínio, manganês, cobre etc. Há vários testes para identificar substâncias inorgânicas específicas; o mais simples deles é a medida direta da condutividade ou da resistividade elétrica. A maioria das substâncias inorgânicas dissolvidas tem carga elétrica, positiva (cátions) ou negativa (ânions), e transmitem corrente elétrica quando se mergulha eletrodos na água e se aplica voltagem nos mesmos. Quanto maior for a quantidade de íons presentes, maior será a condutividade e menor será a resistividade.

A condutividade é medida em microsiemens/cm e é mais adequada para água com grande quantidade de íons; a resistividade é medida em megaohm.cm e é mais adequada para água com poucos íons dissolvidos. Ambas as medidas são recíprocas; assim, a 25°C , uma água com resistividade = 18,2 megaohm.cm tem condutividade = 0,055 microsiemens / cm - esta é a água de mais elevada pureza que se consegue obter com a tecnologia atual. A TABELA 3 mostra a comparação entre valores de resistividade e condutividade:

TABELA 3 - Comparação de valores de resistividade e condutividade

Resistividade em $\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ (megaohm.cm)	0,1	1,0	10,0	18,24
Condutividade em $\mu\text{S}/\text{cm}$ (microsiemens / cm)	10,0	1,0	0,1	0,055

Materiais Orgânicos Dissolvidos: pesticidas, herbicidas, gasolina, solventes e compostos orgânicos em geral, resíduos de tecidos animais e vegetais; também pode haver resíduos de revestimentos internos de tubulações, conexões e tanques de estocagem, decorrentes da lixiviação de tais superfícies; note-se que esse último caso decorre de falha no projeto e / ou na fabricação do sistema de purificação de água; portanto, cada sistema deve ser projetado não só para remover o máximo de contaminantes como também para minimizar a incorporação dos mesmos à água. É

importante utilizar água isenta de contaminantes orgânicos em análises de substâncias orgânicas via HPLC, cromatografia gasosa, eletroforese e fluorimetria e em pesquisas envolvendo cultura de tecidos. Para se determinar os níveis de contaminantes orgânicos presentes na água tipo I são usados os analisadores de carbono orgânico total, que oxidam os compostos orgânicos e medem o CO₂ liberado.

Microorganismos: a água de superfície contém grande variedade de microorganismos, incluindo bactérias, protozoários, algas e outros. Considerando que a maioria da água vem de estações municipais, onde sofre tratamento intensivo para remoção de microorganismos, os principais micróbios concernentes aos sistemas de purificação de água são as bactérias. Estas penetram nos sistemas de purificação através da água de alimentação, folgas de conexões, vazamentos e trincas; no interior do sistema as bactérias segregam uma substância polimérica que permite sua aderência a superfícies internas de tanques e recipientes de estocagem, tanques e cartuchos de resinas de troca iônica, tubulações e quaisquer outras superfícies de difícil limpeza. As bactérias são usualmente detectadas e quantificadas por filtração da amostra de água através de um filtro de porosidade de 0,45 micrometro e posterior cultura desse filtro em meio adequado, durante alguns dias. As contagens de bactérias são reportadas em UFC/ml (unidades formadoras de colônias por mililitro).

MÉTODOS DE PURIFICAÇÃO

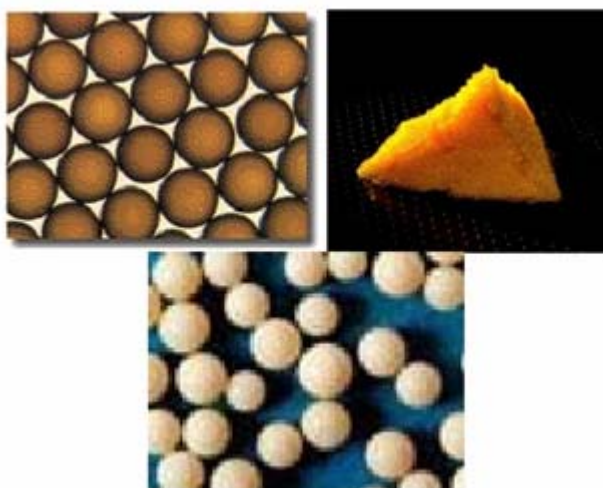
A tecnologia atual permite a utilização de vários processos de purificação de água, sejam isolados, sejam combinados, dependendo da qualidade da água bruta e da qualidade desejada para a água tratada; os principais são: destilação; desionização; osmose reversa; filtração; adsorção em carvão ativado; ultrafiltração; oxidação com radiação ultravioleta; adsorção orgânica etc., e a desionização é descrita a seguir.

Desionização

É comumente utilizada nos laboratórios para produzir água purificada de consumo rotineiro; funciona através da adsorção das impurezas pelas resinas de troca

iônica: as resinas catiônicas trocam seus íons hidrogênio (H^+) por contaminantes catiônicos (cálcio, magnésio, ferro, alumínio, manganês, cobre, zinco, cromo, níquel e outros metais e cátions diversos); as resinas aniônicas trocam seus íons hidroxila (OH^-) por contaminantes aniônicos (sulfato, sulfito, sulfeto, clorato, clorito, cloreto, nitrato, nitrito, fosfato, fluoreto e outros ânions, além da sílica).

As resinas de troca iônica são polímeros orgânicos geralmente sulfonados e derivados do estireno e do divinilbenzeno, na forma de pequenas partículas quase sempre esféricas (diâmetro $< 0,5$ mm). Os principais fabricantes mundiais são a Bayer, Rohm & Haas, Dow Química e Resintech, entre outros.



Grãos de resinas de troca iônica (ampliados)

Fonte: <http://www.scribd.com/doc/2429826/AGUA-PARALABORATORIOS-E-OUTROS-FINS-ESPECIAIS>

O processo consiste em passar a água através de um leito dessas partículas, quando então os cátions e ânions presentes na água vão deslocando e substituindo gradativamente os íons hidrogênio e hidroxila ativos das mesmas, até saturá-las, ou seja, até que não haja mais íons H^+ e OH^- para serem substituídos: nesse ponto, a resina tem que ser regenerada, isto é, tratada quimicamente de modo a se recuperar sua capacidade de troca iônica; o processo de regeneração é exatamente o inverso da operação, quer dizer, promove a substituição, nas partículas das resinas, dos cátions e ânions seqüestrados durante a operação normal por íons H^+ e OH^- , respectivamente.

CONTROLE DA ÁGUA DESIONIZADA NO LAB 203

O processo de purificação de água realizado no Lab 203 atende às especificações de qualidade de água com as seguintes características: água desionizada com resistividade entre 17,9 e 18 MΩ/cm (ou condutividade < 17,9 (±0,1) μS/cm) obtida através de um sistema de deionização NANOpure™ (tipo D-4700) que é utilizada para o preparo das soluções padrões e reagentes.

O controle da qualidade da água desionizada é realizado através da determinação de cátions por cromatografia iônica seguindo o protocolo nº 09 do Lab 203. Os cátions controlados são: Na⁺, K⁺, NH₄⁺, Li⁺, Ca²⁺ e Mg²⁺. Assim, a ausência de picos desses cátions no cromatograma indica uma água desionizada livre desses contaminantes. Segue relatório de uma análise realizada.

Report date: 22/10/2009 10:49:14
Printed by: lab203

Ident: água 22/10/2009
Analysis from: 22/10/2009 10:23:03
File: TA221023.CHW Last save: 22/10/2009 10:41

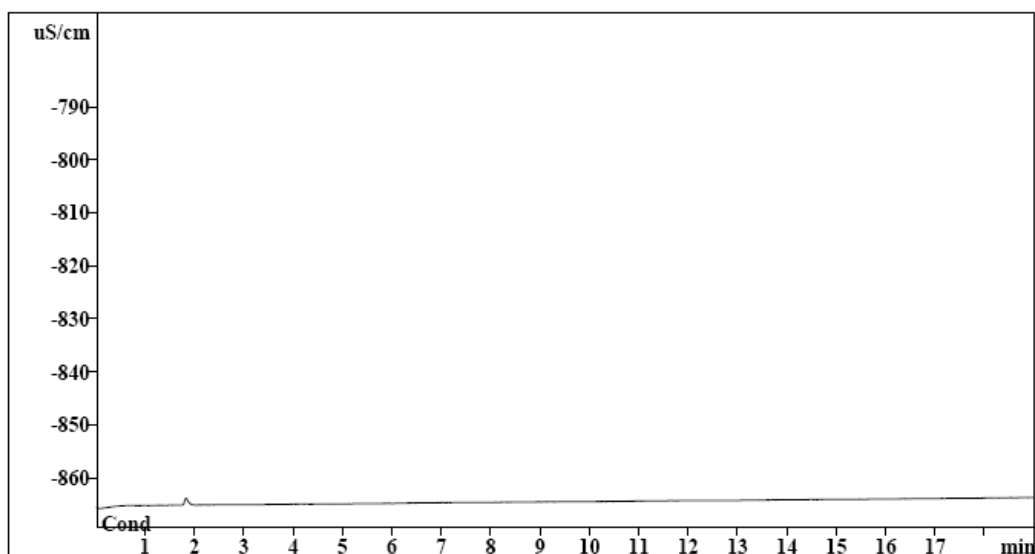
Method: C2 150.mtw Last save: 14/5/2009 10:56:
Run operator: lab203
Analysis number: 526

SAMPLE:
:
Vial number: 0
Volume: 20.0 µL
Dilution: 1.00
Amount: 1.0000

COLUMN: METROSEP C 2 150/4.0 (6.1010.220)
Size: 4.0 x 150 mm
Number:
Part.size: 7.0 µm

ELUENT: ácido oxálico 2,7 mM

Flow: 0.80 mL/min
Temperature: 20.0°C
Pressure: 6.2 MPa



Quantitation method: Custom

No peaks

This report has been created by IC Net
METROHM LTD

ANEXO 3 – EQUIPAMENTOS E ALUNOS RESPONSÁVEIS DO LAB 203

EQUIPAMENTOS	Quantidade/ Obs.:	Responsáveis
EasyLife V/PTI	01	Lizandra/Marcelo/Jorge
Espectrofotômetro: Fluorescência	01	Lizandra/Marcelo/Jorge
Espectrofotômetro: UV- visível	01 / Somente pode ser utilizado na região do visível	Idrees/ Felipe / Jociane
Condutivímetro	01	Marcelo
Capela TROX	01	Lizandra/ Marcelo
pHmetro Metrohm (modelo 713+ 827 e ELETRODOS (referência, e todos os seletivo à íons)	01 eletrodo condutividade 08 eletrodos íon- seletivos Calibração 1 vez por mês 1 eletrodo danificado (Pb)	Marcelo Silva & Jociane
Sistema Dosimat (bureta)	01	Felipe + Caio
Sistema de desionização NANOpure	01	TODOS
Sistema de destilação	01	TODOS
Estufa	01	Marcelo & Lizandra
Balança Analítica + Balança Digital	01	Jociane
Computadores	04	Jorge & Felipe
Modelos computacionais de distribuição de íons	02	Lizandra / Marcelo/ Jorge / Caio
Bomba de Vácuo	01	Marcelo / Felipe
Bomba de Infusão (seringas =bombas	01	Lizandra / Felipe

portáteis)	02	
Geladeira	01 REVISÃO DE 15/15 DIAS	Lizandra / Marcelo
Lavadora Ultra-sônica	01 danificada	Marcelo & Lizandra
Cromatógrafo de Íons	01	Lizandra + Idrees + Felipe + Caio
Cilindro de Nitrogênio	01	Lizandra/ Marcelo /Felipe
Banho –maria c/ aquecimento	01	Jociane & Lizandra
Micropipetas	Total 10 pipetas, 6 em uso 1 pipeta danificada (10- 100 µl Brand) 3 pipetas descalibradas (2-10 µL / 10-100 µl / 25-250 µL – marca Brand) Calibração anual	Lizandra
Centrífuga	01	Jociane & Lizandra
Banho Dubnoff	01	Idrees + Caio
Banho Maria	01	Jociane
Moinho de bolas/ Sist. de peneiras/ Coletor de frações/ Um kit completo vidraria de operações de q. orgânica / Filtro: Osmose Reversa / Liquidificador p/ o.q.	01 unidade de cada	Haidi
Filtro “Polysulfone”(Kit p/CI) + Papel filtro (mistura de ésteres, S&S)	01 + 01	Idrees

Atualização da LISTA dos REAGENTES	01	Jociane + Lizandra + Felipe (aluno contato com o Lab-312 e c/ o depósito Geral e do material de limpeza Torre INCT
------------------------------------	----	--

N.B.:

- 1) O responsável ou um deles, sempre deverá ser notificado do uso do equipamento;
- 2) Caso ocorra quebra ou dano do equipamento utilizado, o responsável deverá ser informado e este (sempre que possível, ver item 3) buscará uma solução.
- 3) Sempre que a solução do problema do equipamento envolver custos elevados os professores deverão ser comunicados;
- 4) Cada equipamento acima possui um **caderno de registro das operações realizadas**, no qual o operador deverá assinar, especificando data, n^o de horas em operação, etc.; ou usos eventuais de pessoas que não são do LACFI-203 (c/autorização).
- 5) Qualquer material (apostilas, livros, reagentes, etc.) que for emprestado deverá ser anotado no caderno de registros.


ANEXO 4 - MATERIAL DE LIMPEZA DO LAB 203:TORRE DO INCT

Item	Código	Descrição	Quantidade comprada	Quantidade disponível Data: 26/08/10
01	15523	Papel toalha bem branco	5 x 5,90 = R\$ 29,50	0
02	16809	Desinf. Trop soft 5L	2 x 5,95 = R\$ 11,90	1
04	16810	Sany Bril Sapolio	5 x 1,95 = R\$ 9,75	5
05	15525	Bettanin Toalheiro	1 x 24,90 = R\$ 24,90	0
06	16811	Lustra móveis	5 x 3,50 = R\$ 17,50	4
07	15526	Saco alvejado	1 x 2,25 = R\$ 2,25	0
08	16812	Bettanin Pano sek pia	5 x 2,95 = R\$ 14,75	3 fechados e 1 aberto
09	15527	Álcool coperalcool	10 x 2,98 = R\$ 29,80	6
10	16813	Flanela rabito	10 x 1,65 = R\$ 16,50	9
13	15529	Cera poliflor	3 x 4,95 = R\$ 14,85	2
14	16815	Luva de procedimento	3cxs P; 4 cxs M; 2 cxs G 9 x 19,90 = R\$ 179,10	3 cx P e 2 cx M
16	15531	Detergente aromil 5L	1 x 6,90 = R\$ 6,90	1
18	15533	Sabonete liq. Max Perolado 5L	1 x 15,90 = R\$ 15,90	0
20	15535	Papel Hig. Duetto cx/64	1cx x 48,90 = R\$ 48,90	52

ANEXO 5 – ENQUADRAMENTO do LAB-203 NO INCT - MCT

INSTITUTOS NACIONAIS DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA – INCT
IDENTIFICAÇÃO DO PROJETO
TÍTULO: INCT de Catálise em Sistemas Moleculares e Nanoestruturados
PROCESSO Nº: 573689/2008-3
VIGÊNCIA: de 26/12/2008 a 25/12/2013
COORDENADOR: Faruk Jose Nome Aguilera
INSTITUIÇÃO SEDE: UFSC

1-) Fotos

	<p><i>Descrição da foto:</i> Espectrofluorimetria em laboratório branco*</p> <p><i>Atividade de pesquisa:</i> Fluorescência do ácido 1-hidroxi-2-naftóico em solução aquosa e interação com cátions trivalentes</p>
---	---



Descrição da foto:

Determinação de tempo de vida em laboratório branco* (PTI / EasyLife V).

Atividade de pesquisa:

Fluorescência de ácidos hidroxinaftóicos em solução aquosa: correlação entre rendimentos quânticos e cálculos teóricos

*Laboratório Branco (= com controle de partículas: 0,3 e 0,5 $\mu\text{m}/\text{min}$ e Capela TROX[®], (classe 100).

Ambos certificados pelo Núcleo de Manutenção da UFSC (com registro IMETRO).

inctcatalise2008@gmail.com

Site

www.inct-catalise.ufsc.br

ANEXO 6 – CONTROLE DE MATERIAL PARTICULADO

Mr. Antonio
319 0801

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
PRÓ-REITORIA DE INFRAESTRUTURA
NÚCLEO DE MANUTENÇÃO - NUMA

RELATÓRIO DE SERVIÇOS DAS CAPELAS DE FLUXO LAMINAR

Data/Hora: 16/09/10 às 14:40hs
Cliente: LACFI-QUIMICA 203
Responsável do Setor: Profª Heidi
Fone/Ramal: _____

01- Características do Equipamento:

Fabricante: Trox do Brasil
Modelo: FLV-CLII-BII
Série: 2061

02- Utilização do Equipamento:

Uso: _____
Frequência de utilização: Diária
Próxima certificação: 16/09/2011

03- Condições do Equipamento:

Instalações Elétricas: OK
Contactor: OK
Relê Térmico: OK
Reatores: OK
Capacitor: OK
Starts: OK
Lâmpada Fluorescente: OK
Lâmpada Ultravioleta: OK
Janela Acrílico: Blindex. OK
Manômetro Diferencial: nao possui
Limpeza: OK
Ventilador: OK Tensão: _____ Corrente: _____
Quadro de Comando: OK
Pré-Filtro: Estava muito sujo e foi colocado novo.

04- Medições Efetuadas:

Testes de velocidade e uniformidade do fluxo de ar nos filtros absolutos e contagem eletrônica de partículas

Pontos	Velocidade (m/s)	Contagem de Partículas	
		0,3 μm	0,5 μm
01	0,40	0	0
02	0,40	0	0
03	0,40	0	0
04	0,45	0	0
05	0,40	0	0
06	0,40	0	0
07	0,35	0	0
08	0,40	0	0
09	0,40	0	0
Média	-	-	-

Obs: As contagens de partículas foram zero com a janela totalmente fechada.

Pontos de Medição

1	4	7
2	5	8
3	6	9

Temperatura no Ponto n° 5

24,9°C

① bocuda do cromatógrafo.

② bocuda do fluorímetro.

05- Contagem de partículas fora da capela:

$$\begin{array}{l}
 0,3 \mu\text{m} = \frac{906.430/\text{min}}{135.370/\text{min}} \cdot \frac{836.060/\text{min}}{105.550/\text{min}} \\
 0,5 \mu\text{m} = \frac{906.430/\text{min}}{135.370/\text{min}} \cdot \frac{836.060/\text{min}}{105.550/\text{min}}
 \end{array}$$

06- Diferencial de pressão nos filtros absolutos:

Filtro	ΔP (mmc a)

07- Características da medição:

As velocidades medidas estão normais e as contagens de partículas foram zero, indicando não haver contaminação.

08- Laudo final de inspeção:

A célula de fluxo laminar se encontra em perfectas condições de utilização.

09- Segundo a federal standart 209 e recomendações para testes em equipamentos de fluxo unidirecional classe 100, do Institute Of Environmental Sciences do EUA., o equipamento foi classificado qualitativamente como classe: 100 ISO(5)

Responsável pelo Setor: _____

Responsável pelo laudo: Eng. Antonio Figueiredo

Data: 17/09/2010

Observações:

③ ao lado da célula:
 $0,3\mu\text{m} = 710.040/\text{m}^3$
 $0,5\mu\text{m} = 111.950/\text{m}^3$

④ Sala de estudo:
 $0,3\mu\text{m} = 796.380/\text{m}^3$
 $0,5\mu\text{m} = 118.740/\text{m}^3$

ANEXO 7

Processo de Purificação por Sublimação

Protocolo 13

Doutorandos: Marcelo Silva, Muhammad Idrees

Revisão: Profs. Haidi D. Fiedler e Faruk Nome

Florianópolis 27, maio 2010

1. Introdução

A qualidade de estudos científicos que requerem rigor e exatidão dos resultados obtidos, sempre é avaliada pelos cuidados tomados na parte do planejamento dos mesmos que é descrita na parte experimental de artigos, dissertações, teses, etc. Algumas vezes, os reagentes utilizados não possuem o **grau de pureza** necessário para o melhor desempenho analítico. Em laboratórios acadêmicos, estes cuidados são exigidos para o caso de compostos que serão utilizados como padrões ou substâncias de referências em trabalhos que requerem rigor científico. No Lab-203 a purificação destes padrões ocorre principalmente para reações de complexação, adsorção e sondas fluorimétricas. Um dos processos de purificação mais utilizados é o que emprega sublimação. No presente estudo se utiliza o caso da purificação do pireno como um composto modelo.

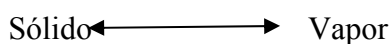
A purificação do pireno pelo método da sublimação mostrou-se um método bem eficiente para a obtenção do mesmo com alto grau de pureza.

O pireno utilizado para a purificação tinha uma coloração amarelada, e após a purificação (sublimação) o mesmo apresentou uma cor branca, fato este suficiente para a aplicação do mesmo em determinações fluorimétricas simples.

Como modo de verificação analítica do grau de pureza, para reagentes orgânicos, utiliza-se a técnica de espectroscopia RMN (^1H RMN podem garantir o grau de pureza do pireno obtido [1])

1.1 Sublimação

O processo na qual as moléculas passam do estado sólido diretamente para o estado vapor é chamado **sublimação**, o processo inverso é chamado de **deposição**, isto é, as moléculas fazem uma transição direta de vapor para sólido [2].



O naftaleno tem uma pressão de vapor bem alta para um sólido (1mm Hg a 53 °C), por isso seu vapor impregna muito rápido um recipiente fechado. O iodo também sublima. À temperatura ambiente a cor violeta do vapor de iodo é facilmente visualizada num recipiente fechado, como mostra a figura1 [2].



Figura1- Iodo sólido em equilíbrio com seu vapor [1].

Devido às moléculas estarem unidas com mais força num sólido, sua pressão de vapor é muito menor que a do respectivo líquido. A energia (normalmente em kilojoules) necessária para sublimar um mol de um sólido recebe o nome de **entalpia molar de sublimação** (ΔH_{sub}), e é igual a soma da entalpia molar de fusão mais a de vaporização:

$$\Delta H_{\text{sub}} = \Delta H_{\text{fus}} + \Delta H_{\text{vap}} \quad (\text{equação 1})[2]$$

A equação 1 é uma demonstração da lei de Hess. A entalpia, ou mudança de calor para todo o processo, é a mesma se a substância passa direto do estado sólido para o

estado vapor, ou se passa do estado sólido para o estado líquido e depois passa ao estado de vapor [2].

1.2 Pireno

O pireno é um hidrocarboneto poliaromático (HPA) constituído de quatro anéis benzênicos fundidos, como mostra a figura 2.

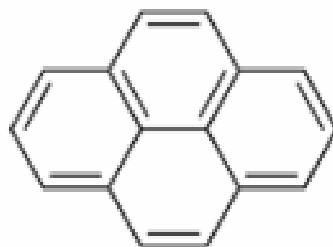


Figura 2. Estrutura esquemática do **pireno**.

Em condições normais de pressão e temperatura o pireno puro se encontra na forma de um sólido branco. O calor (energia) necessário pra sublimar um mol de pireno é 97,5kJ ($\Delta H_{\text{sub}}=97,5\text{kJ/mol}$) [3]. Essa energia é facilmente alcançada pelo uso tanto de uma chapa de aquecimento como pelo uso de uma pistola de calor (semelhante a um secador de cabelos).

2 Objetivo

O objetivo principal desse trabalho é purificar o pireno através da sublimação.

3 Aparatos

- Dedo frio (vidraria adequada para sublimação)
- Banho termostaticado
- Bomba de vácuo acoplada a um “trap” (sistema para condensar vapores garantindo um bom funcionamento da bomba de vácuo)
- Pireno (Fluka puriss. for fluorescence > 99,0 %) níveis de impureza $\leq 0,005\%$ para: Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, Pb, Zn, Ca, Cd, Co, Cr e Cu.
- Pistola de calor

4 Procedimento Experimental

4.1 Monte adequadamente o dedo frio acoplado a bomba de vácuo e ao banho termostático como na figura 3.

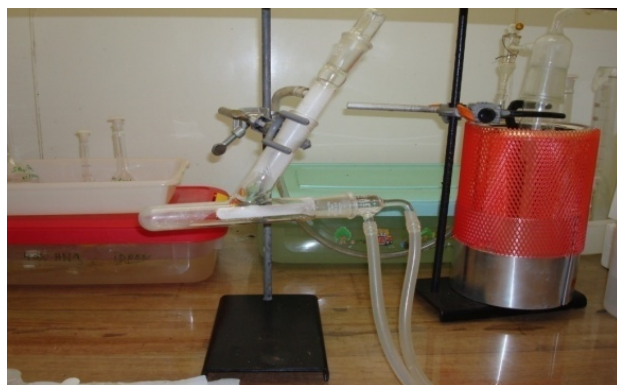


Figura 3. Sistema sublimador (dedo frio)

4.2 Coloque dentro do sublimador uma quantidade de aproximadamente 1g de pireno impuro.

4.3 Feche o sublimador e não esqueça de colocar graxa de silicone na junta. Em seguida faça o vácuo no sistema.

4.4 Ligue o banho termostático numa temperatura entre 0-10 °C.

4.5 Aqueça o sistema com o auxílio da pistola de calor (nessa etapa você vai começar a ver o pireno sublimando e depositando-se no dedo frio como mostra a figura 4).

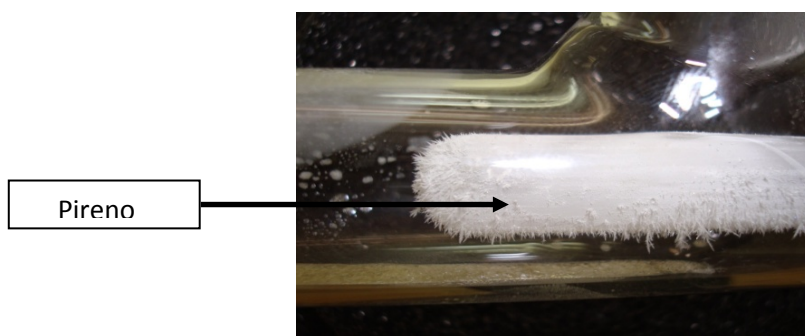


Figura 4. Cristais de pireno puro depositado no dedo frio.

4.6 Após algum tempo quando houver uma considerável quantidade de pireno depositado na parede do dedo frio, desligue o banho, cuidadosamente abra o sistema e colete num becker previamente limpo o pireno que agora tem um alto grau de pureza.

5. Resultados

Obteve-se 0,7 g de pireno com alto grau de pureza, partindo de 1,3 g de uma amostra de pireno.

A figura 4 mostra claramente o pireno puro de coloração branca depositado na parede do dedo frio e um pouco abaixo do mesmo, o pireno impuro de coloração amarronzada.

6. Conclusão

O pireno utilizado para a purificação tinha uma coloração amarelada, e após a purificação (sublimação) o mesmo apresentou uma cor branca.

A purificação do pireno pelo método da sublimação é um método eficiente para a obtenção de pireno com o grau de pureza desejado no presente estudo.

Observação: Caso necessário, análises de ^1H RMN podem garantir o grau de pureza do pireno obtido.

7. Referências bibliográficas

- 1- SILVERSTEIN, R, M; WEBSTER, F, X; David J. KIEMLE, D, J; **Spectrometric Identification of Organic Compounds**. Seventh edition, Wiley & Sons, Inc.
- 2- CHANG, R; COLLEGE, W; **Química**, séptima edición, editora Mc Graw Hill, p. 452-453, 2002.
- 3- WU, Y; ISHIBASHI, K; DEGUCHI T; SANEMASA, I; **The Solubility and Cyclodextrin Complexations of Fluorene, Fluoreanthene, and Pyrene in Aqueous Medium**. Bull. Chem. Soc. Jpn; 63, 3450-3455, 1990.