

PAINEL 5

Confiabilidade Metrológica dos Métodos de Análise Química

Grei Carlos Gomes Ramos
Bolsista de Inic. Científica, Eng. Química, UFF

José Antonio Pires de Mello
Orientador, Químico

Nilza Maria M. de Oliveira
Co-orientadora, Química

1. INTRODUÇÃO

Os métodos de análises químicas do CETEM estão sendo revisados e armazenados no programa DataLab, onde são relatadas informações que abrangem desde a descrição do método até os resultados laboratoriais que envolvem faixa de aplicação e precisão.

Através da confiabilidade metrológica, consegue-se a credibilidade laboratorial, a qual julgamos ser muito importante no que tange ao controle da qualidade em química analítica. Porém, a sua implantação é bastante complexa, pois é necessário tomar as seguintes providências:

- (a) conscientização e treinamento dos chefes de laboratório e de seus técnicos de nível superior;
- (b) conscientização dos técnicos de nível médio;

- (c) seleção de prioridades;
- (d) equipamentos - calibração dos equipamentos/instrumentos;
- (e) seleção de técnicas estatísticas e planejamento de experimentos;
- (f) documentação (O&M) - padronização de formulários, planilhas, métodos;
- (g) elaboração do manual de confiabilidade metrológica (MCM);
- (h) realização de auditorias internas e externas.

Uma vez tomadas essas providências os métodos são testados no laboratório. Os resultados, por sua vez, são avaliados segundo normas estatísticas (3) para verificação de faixa de aplicação e precisão, baseada na determinação dos seguintes fatores: da repetibilidade (que é a maior diferença, no nível de 95%, por exemplo, de confiança entre dois resultados obtidos, para uma mesma amostra, em condições exatamente iguais - intervalo pequeno de tempo, mesmo técnico, mesmo equipamento); e reprodutibilidade (que é a maior diferença, no nível de 95%, por exemplo, de confiança entre dois resultados obtidos, para uma mesma amostra, em condições diferentes - laboratórios diferentes, o que resulta em técnicos e equipamentos diferentes), que também servirá para confeccionar materiais de referência certificados específicos para utilização no laboratório.

2. OBJETIVO

Revisar todos os métodos de análise química do laboratório (em torno de 500), inclusive estudando-se sua precisão através da repetibilidade e da reprodutibilidade. Além disso, pretende-se verificar o seu funcionamento, de modo a obter a confiabilidade metrológica e, futuramente, confeccionar materiais de referência a serem certificados.

3. METODOLOGIA

Os métodos, após terem sido catalogados no DataLab (de acordo com o projeto Banco de Dados de Métodos em Química Analítica - DataLab), serão testados no laboratório, utilizando-se materiais de referência. Serão efetuadas 30 análises divididas em 5 ocasiões com 6 replicatas cada. Aos resultados obtidos, aplicam-se as normas estatísticas (3), que determinam a repetibilidade, a reprodutibilidade (quando possível) e também a sua faixa de aplicação. Comparam-se os resultados com os dados do material de referência e retorna-se ao DataLab para registro desses fatores.

Através dos métodos de análise química do CETEM já revisados, serão feitos testes laboratoriais com intuito de implantar materiais de referência próprios e específicos, de acordo com a necessidade desse laboratório.

Para uma simples exemplificação dessa metodologia, escolhemos um método, já revisado e registrado no DataLab - método de determinação de ferro total em minérios e concentrados através da titulação com dicromato de potássio (1-6), onde a amostra é decomposta com solução de ácido clorídrico, o ferro (III) é reduzido a ferro (II) com cloreto de estanho II, e a solução é titulada com dicromato de potássio, usando-se difenilamina sulfonato de bário como indicador. Os dados laboratoriais são registrados em formulários específicos para cada método, afim de então serem estudados.

4. RESULTADOS

Os resultados obtidos estão apresentados em dois grupos. No primeiro, Tabela 1, constam informações sobre as repetições, as ocasiões, os somatórios, as médias e os desvios padrões. Finalmente, a análise de variância para os valores encontrados.

Com base nos dados acima mencionados pode-se determinar a repetibilidade e a faixa de aplicação do método.

Para melhor entendimento, analisaremos os resultados obtidos no laboratório para o método de determinação de ferro total em minérios e concentrados através da titulação com dicromato de potássio (1-6).

Tabela 1 - Avaliação estatística do método de determinação do ferro em amostra padrão (SGS 35/005), contendo 66,46% de Fe.

| Repetições | Ocasões | | | | |
|------------|---------|--------|--------|--------|--------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| 1 | 65,81 | 65,32 | 65,88 | 66,44 | 67,49 |
| 2 | 65,81 | 65,75 | 65,75 | 66,44 | 68,11 |
| 3 | 66,44 | 67,42 | 65,81 | 67,55 | 66,44 |
| 4 | 67,00 | 67,42 | 65,75 | 66,44 | 66,44 |
| 5 | 65,81 | 65,75 | 65,81 | 68,11 | 66,37 |
| 6 | 66,37 | 64,70 | 65,81 | 67,62 | 66,44 |
| Σ | 397,24 | 396,36 | 394,81 | 402,60 | 401,29 |
| Média | 66,21 | 66,06 | 65,80 | 67,10 | 66,88 |
| D. Padrão | 0,49 | 1,12 | 0,05 | 0,75 | 0,74 |

Análise de variância (ANOVA) dos resultados.

| Fonte de variação | SQ | GL | MQ | Compon. da Variância | *F (Calc.) | F Tab. |
|-------------------|-------|----|------|----------------------|------------|--------|
| Amostra | 7,39 | 4 | 1,85 | - | 3,55 | 2,76 |
| Residuo | 13,01 | 25 | 0,52 | 0,52 | - | - |
| Total | 20,40 | 29 | 0,70 | - | - | - |

* F - Distribuição de Snedecor relativo ao nível de confiança de 95%.

Limite inferior de detecção = 0,05 %.

Repetibilidade = (66,41 \pm 2,02)%.

5. CONCLUSÃO

Comparando-se o resultado obtido no laboratório para o material de referência certificado SGS 35/005, (66,46%), o resultado analítico para ferro total pelo método em estudo mostrou-se bastante satisfatório.

Através deste trabalho, o CETEM terá todos os seus métodos, de análise química avaliados estatisticamente, quanto à precisão, além de obter materiais de referência para sua utilização.

BIBLIOGRAFIA

1. AMERICAN NATIONAL STANDARD, AMERICAN NATIONAL STANDARDS INSTITUTE, D 3173-73.
2. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, NBR-8389.
3. CUNHA, F., Apostila de Estatística Aplicada em Laboratório. Rio de Janeiro: CENPES/PETROBRÁS.
4. MORITA, T., ASSUMPÇÃO, R. M. V. Manual de soluções, reagentes e solventes (padronização, preparo, purificação). 2. ed. São Paulo: Edgard de Blucher. 1972. p. 1 - 174, 380 - 394.
5. VOGEL, A. I. Química Analítica Cuantitativa, Teoría y Prática. Bueno Aires: E. Kapelusz. 1960. V.1.
6. WELCHER, F.J. Standard Methods of Chemical Analysis. 6. ed. Princeton: Van Nostrand Reinhold, 1962.

PAINEL 6

Emprego de Catalisadores Poliméricos na Preparação de Extratantes Orgânicos à Base de Derivados da Quinolina. Reatividade da 8-hidroxiquinolina

Luciana de Oliveira Rodrigues

Bolsista de Inic. Científica, Eng. Química, UFF

Paulo Roberto Nagipe da Silva

Orientador, Químico, D.Sc.

1. INTRODUÇÃO

De acordo com o projeto PADCT para "Tecnologia Mineral", o objetivo do Centro de Tecnologia Mineral-CETEM é preparar extratantes alternativos nos processos de separação líquido/líquido, que é uma das técnicas mais modernas utilizadas pela metalurgia extrativa na recuperação de metais. Dentre os extratantes pesquisados, optou-se pela classe das 7-alquil-8-hidroxiquinolinas, mais conhecidas comercialmente como KELEX, que são compostos orgânicos bastante efetivos, pois formam complexos com vários metais de interesse, como por exemplo o gálio. A primeira etapa da preparação dessas substâncias é a obtenção da quinolina a partir da síntese de Skraup. As etapas posteriores resumem-se ao seguinte procedimento: