

PAINEL 11

Confiabilidade Metrológica dos Métodos de Análise Química

Grei Carlos Gomes Ramos

Bolsista de Inic. Científica, Eng. Química, UFF

Gilberto Mendes de Queiróz

Orientador, Químico Industrial

Nilza Maria M. de Oliveira

Co-orientadora, Química

1. INTRODUÇÃO

O Banco de Dados - DATALAB é um programa que tem a função de armazenar *on-line* os métodos de análise química em uso no Departamento de Análises Químicas e de Meio Ambiente (DQIA), de modo a facilitar a consulta, manutenção e a utilização dos mesmos. O trabalho de confiabilidade metrológica destina-se a testar esses métodos a fim de avaliar sua aplicabilidade e determinar as faixas de aplicação e precisão.

Alguns métodos já foram testados no laboratório do DQIA. Os resultados foram satisfatórios, porém, não tão precisos para que fosse desenvolvido os seguintes estudos: 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, com cerca 95% em termos de confiabilidade, por exemplo, de confiança entre dois

resultados obtidos para uma mesma amostra em condições diferentes - o que resulta em técnicas e equipamentos diferentes e operações realizadas em dias diferentes).

Vários levantamentos de dados foram realizados, visando-se identificar, senão todos, pelo menos os principais fatores, tanto de ordem técnica quanto laboratorial, que podem interferir nos resultados analíticos. Verificou-se então a necessidade de tomar várias providências, a saber:

- a) seleção de prioridades;
- b) conscientização e treinamento de todo o pessoal envolvido no trabalho;
- c) calibração dos equipamentos / instrumentos;
- d) elaboração de um manual de garantia da qualidade;
- e) seleção de várias técnicas estatísticas e planejamento de experimentos;
- f) documentação (O&M) - utilização de carta de controle, padronização de métodos, planilhas, formulários;
- g) elaboração do manual de confiabilidade metrológica (MCM);
- h) realização de auditorias interna e externa;
- i) incorporação dos dados estatísticos aos métodos de análises.

Uma vez tomada as providências acima, os métodos podem ser testados no laboratório; e os resultados, avaliados segundo normas estatísticas (1). Desse modo, com o objetivo de melhorar o processo analítico, o DQIA está adotando ações gerenciais e técnicas de monitoramento de qualidade dos procedimentos analíticos. Através da aplicação adequada de controle estatístico de processo, pode-se incorporar as melhorias relativas à confiabilidade metrológica dos resultados quando da otimização dos métodos de análise químicas, especialmente os relativos à repetibilidade e reprodutibilidade.

2. OBJETIVO

Avaliar as condições laboratoriais e revisar todos os métodos de análise química do DQIA (em torno de 500), de modo a verificar o funcionamento e estudar a precisão através da repetibilidade e da reprodutibilidade. Além disso, tem-se por objetivo obter a confiabilidade metrológica, e futuramente, confeccionar materiais de referência a serem certificados, procurando-se incorporar as melhorias preconizadas pela adoção das normas internacionalmente aceitas por exemplo, a ASTM (2).

3. METODOLOGIA E RESULTADOS OBTIDOS

Cerca de 80 métodos de análises, já implantados, catalogados e revisados no DATALAB, foram testados no laboratório. Os resultados obtidos foram satisfatórios, tomando-se como referencial um erro percentual aceito para "experimentos simples". Para avaliar melhor os resultados obtidos, foram feitas simulações de carta de controle. Esse é o caso do método de determinação de matérias voláteis em carvão mineral (2, 3), em que a amostra é submetida a aquecimento em forno mufla, na ausência de oxigênio, sob rígido controle de massa, temperatura e tempo. O teor de matérias voláteis, por sua vez, é dado pela perda de massa.

De fato, os resultados obtidos estão apresentados em dois grupos: Na Tabela 1 constam, primeiramente, informações sobre as repetições, as ocasiões, os somatórios, as médias e os desvios padrão. Posteriormente apresenta-se a análise de variância para os valores encontrados. Já na figura 1 tem-se a simulação de uma carta de controle.

Tabela 1 - Avaliação estatística do método de determinação de matérias voláteis em amostra padrão de carvão (MR2) contendo um teor médio de 23,6% de m. v. em base seca.

Repetições	Ocasões				
	1	2	3	4	5
1	23,65	22,94	24,08	23,35	22,89
2	23,73	22,91	24,04	23,19	22,95
3	24,13	22,96	24,18	23,41	23,03
4	24,10	22,97	24,06	23,30	23,00
5	23,72	22,94	24,23	23,27	22,95
6	23,75	23,23	24,21	23,37	23,10
Σ	143,08	137,95	144,80	139,89	137,92
Média	23,85	22,99	24,13	23,32	22,99
D.Padrão	0,2108	0,1186	0,0829	0,0789	0,0734

Análise de variância (ANOVA) dos resultados.

Fonte de variação	SQ	GL	MQ	Compon. da var.	*F (Calc.)	F (tab.)
Amostra	6,40	4	1,60	-	103,99	2,76
Resíduo	0,39	25	0,02	0,02	-	-
Total	6,79	29	0,23	-	-	-

* F - Distribuição de Snedecor relativo à índice de confiabilidade 95%.

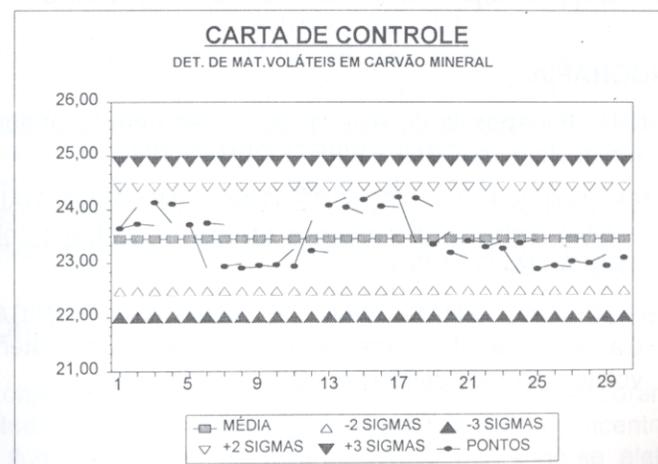


Figura 1 - Representação da carta de controle para o método de determinação de matérias voláteis em carvão mineral.

Com base nos trabalhos realizados, pôde-se determinar a repetibilidade e a faixa de aplicação do método, incorporando-se essas informações à metodologia analítica a ser armazenada no DATALAB com base nas normas da ASTM.

4. COMENTÁRIOS GERAIS

A implantação do manual de controle proporcionou avanços na rapidez e precisão das análises químicas. Observou-se maior consistência nos resultados laboratoriais, o que facilitará a confecção de materiais de referência para uso próprio e possível comercialização manual de controle da qualidade a ser elaborado para o departamento como um todo.

AGRADECIMENTOS

Aos funcionários do Departamento de Análises Químicas e de Meio Ambiente (DQIA); em especial ao orientador Gilberto Mendes de Queiróz e à co-orientadora Nilza Maria Miranda de Oliveira pelo apoio e incentivo à pesquisa. Finalmente, ao PIBIC/CNPq pelo suporte financeiro dado à esta pesquisa.

BIBLIOGRAFIA

1. CUNHA, F., Apostila de estatística aplicada em laboratório. Rio de Janeiro: CENPES/PETROBRÁS. 1992.
2. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Volatile matter in the analysis sample of coal and coke, ANSI/ASTM D 3175-77.
3. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Carvão mineral - determinação do teor de matérias voláteis, Projeto de Norma - CE - 1.13:01 - 002.

PAINEL 12

Implantação de Novas Metodologias Analíticas (Determinação de Fluoreto).

Carlos Roberto Martoreli Dias

Bolsista de Inic. Científica, Eng. Química, UFRJ

Gilberto Mendes de Queiróz

Orientador, Químico Industrial

Nilza Maria Miranda de Oliveira

Co-orientadora, Química

1. INTRODUÇÃO

No presente trabalho foi estudada uma metodologia para análise química de fluoreto, utilizando-se técnica de análise instrumental. Na etapa seguinte a metodologia foi implantada no arquivo do programa DATALAB para posterior utilização dos usuários. Foi introduzido na metodologia um arquivo do *Harvard Graphics*, o qual consta de uma curva, em escalas monolog e linear que proporciona maior rapidez e confiabilidade à determinação da concentração de fluoreto. A metodologia, após testada, mostrou-se adequada às análises de fluoreto presentes em amostras de minérios efluentes, água, etc.

2. OBJETIVO

O objetivo do presente trabalho consiste em elaborar um método de análise química para determinação da concentração de fluoreto, através de potenciometria, utilizando-se eletrodo seletivo de íon.