

PAINEL 20

*Revisão Crítica da
Metodologia Analítica
de Laboratório.*

DESTAQUE

Ayres Sant'Anna Pires
Bolsista de Inic. Científica,
Eng. Química, UFF

Roberto Rodrigues Coelho
Orientador, Químico Industrial, D.Sc.

José Antonio P. de Mello
Co-orientador, Engº Químico e Químico Industrial.

1. INTRODUÇÃO

O conjunto dos procedimentos analíticos que são utilizados no Departamento de Química Analítica e Instrumental (DQI) precisa ser revisado e atualizado periodicamente, com o propósito de manter o bom nível dos trabalhos técnicos desenvolvidos.

Em primeiro lugar, é feita uma correção ortográfica e técnica na descrição dos procedimentos analíticos. Em seguida, são realizados ensaios analíticos para comprovar a correção e eficiência dos procedimentos analisados. Posteriormente, é feita a análise estatística dos resultados. O produto final dessa revisão será armazenado em um banco de dados "DatLab" que, ao final, irá conter todos os procedimentos analíticos a serem utilizados no Departamento de Química Analítica e Instrumental (DQI).

Este trabalho tem como objetivo revisar e implantar procedimentos químico-analíticos no Departamento de Química Analítica e Instrumental, bem como, preparar um banco de dados capaz de realizar cruzamentos de informações, a fim de fornecer o método adequado às necessidades do usuário, baseado no tipo de material, tipo de análise e precisão/faixa de aplicação desejada.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

Foram escolhidas as 20 metodologias mais utilizadas, nas análises químicas realizadas no DQI, como piloto para ensaios, com o objetivo de avaliar o funcionamento dos métodos e das alterações que são feitas durante o processo da revisão e correção dos procedimentos analíticos, visando eliminar erros.

Outro tipo de atividade é a adequação de uma metodologia analítica inexistente no escopo de marcha analítica do laboratório. Como exemplo, não de revisão, mas de implantação, temos métodos como "Análise de Zircônio por Colorimetria" (1), que não existia e teve então de ser desenvolvido e implantado.

Para esse trabalho utilizou-se como gerenciador do banco de dados o programa Fox Pro for Windows (2), suportado em um micro 486 DX33. O banco de dados DatLab ainda sofre modificações de ajuste fino, mas está disponível ao usuário que necessita de informações contidas no mesmo.

Para cada tipo de material/determinação, os métodos serão testados com a utilização de padrões. Para esses testes prepararam-se amostras de controle e padrões comerciais.

3. RESULTADOS OBTIDOS

O produto desse trabalho foi a elaboração de um banco de dados capaz de realizar cruzamento de informações e em seguida fornecer o método que mais se ajusta a demanda do usuário. Esse banco de dados, atualmente, é formado de 35 métodos, os quais

estão sendo testados em laboratório. A Figura 1, que relaciona as alterações sofridas pelos métodos revisados do DQI, permite observar que 85,8% dos métodos sofreram algum tipo de alteração ou substituição.

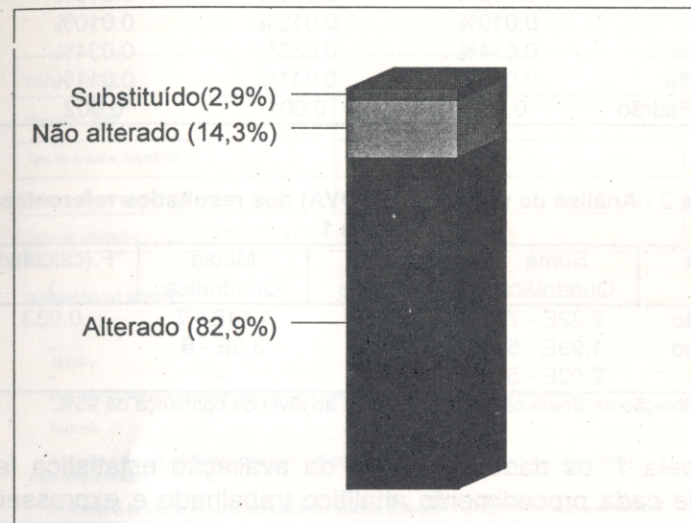


Figura 1 - Representação gráfica das alterações e substituições nos 35 métodos de análise química avaliados

Os resultados de laboratório para a determinação colorimétrica do zircônio, expressos na Tabela 1, podem ser vistos como uma ilustração do controle e avaliação do processo a que as marchas analíticas são submetidas durante a sua revisão. O tratamento estatístico (4), conforme a Tabela 2, assegura a precisão analítica do procedimento testado e implantado em laboratório.

Tabela 1 - Avaliação estatística do método de determinação de zircônio em amostra padrão (NBS 81A), conteúdo 0,11% de zircônio

Repetições	Ocasões		
	22-03-94	24-03-94	29-03-94
1	0.011%	0.012%	0.014%
2	0.013%	0.010%	0.010%
3	0.010%	0.013%	0.010%
Somatório	0.034%	0.035%	0.034%
Média	0.011%	0.011%	0.011%
Desvio Padrão	0.001	0.001	0.002

Tabela 2 - Análise de variância (ANOVA) dos resultados referentes a Tabela 1

Fonte	Soma Quadrática	Grau de Liberdade	Média Quadrática	*F.(calculado)
Ocasão	2.22E - 7	2	1.11E - 7	0.033
Resíduo	1.99E - 5	6	3.3E - 6	-
Total	2.02E - 5	8	-	-

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

Na Tabela 1, os dados advindos da avaliação estatística fazem parte de cada procedimento analítico trabalhado e expressam os resultados das análises efetuadas com sua incerteza associada. Com os resultados das análises dos padrões, pode-se verificar a faixa de aplicação do método para determinado material e para o elemento correspondente.

A marcha analítica testada e aprovada constituirá um documento que será inserido no banco de dados, de acordo com a forma padronizada com base nas normas técnicas brasileiras.

A Figura 2 exemplifica uma ilustração do método de "Prata por Volumetria"(3) segundo a normalização do *soft* DatLab, especialmente desenvolvido para este fim.

BANCO DE REFERÊNCIA SOBRE MÉTODOS DE ANÁLISE QUÍMICA

Código: 001/Ag	
Elemento: Prata	Material: Minérios
Tipo de ensaio: volumetria	Tipo de abertura: Triácida
Data da última revisão: 26/01/94	Feito por: Ayres
Faixa de aplicação: 1.00 a 0.00	

DESCRIÇÃO DO MÉTODO

Objetivo

Este método descreve o procedimento para determinação de prata em minérios, rochas e rejeitos.

Resumo

A amostra é digerida com ácido sulfúrico (concentrado) e ácido nítrico (concentrado) e o resíduo insolúvel é separado por filtração.

Uma alíquota da solução é titulada com solução de tiocianato de amônio ou potássio 0,1 N, usando-se sulfato de ferro(III) amoniacal, como indicador.

Procedimento

- 1 - Secar amostra em estufa à 110°C
- 2 - Pesar 2,000g de amostra e passar para bécher de 400 ml.
- 3 - Adicionar 10 ml de ácido sulfúrico (concentrado) e ferver em chapa elétrica, cobrindo o becher com vidro de relógio.
- 4 - Retirar o bécher da chapa e deixar esfriar, remover o vidro de relógio.
- 5 - Adicionar 50 ml de ácido nítrico cobrir o becher com vidro de relógio e ferver durante 30 minutos em chapa elétrica.
- 6 - Retirar o becher da chapa e deixar esfriar
- 7 - Diluir a 100 ml com água e filtrar em papel malha média, para balão volumétrico de 500 ml, mantendo o resíduo no becher.

Figura 2 - Representação de um método impresso do banco de dados DatLab.

4. CONSIDERAÇÕES GERAIS

O projeto, "Revisão Crítica da Metodologia Analítica de Laboratório", apresentado neste trabalho, foi iniciado em dezembro de 1993 e possui uma estimativa de realização de 2 anos.

O banco de dados DatLab já está estruturado e estará sendo continuamente alimentado de métodos e dados de laboratório, durante esse período.

Na fase atual, os métodos estão sendo testados em nível de bancada para posteriores avaliações estatísticas (repetibilidade, reprodutibilidade, limites de aplicação etc).

BIBLIOGRAFIA

1. FURMAN, N Howell, Standard Methods of Chemical Analysis, Sixth Edition, p.1266, R.K. Publishing Company, New York (1975).
2. MICROSOFT, Corporation, Fox Pro For Windows 2.5, (1993).
3. ESPÍNOLA, A. ; SILVA, G.B.T. & VOKAC, L. , Análise Rápida de Rochas e Silicatos - Departamento Nacional da Produção Mineral- Boletim 41.
4. CUNHA, F. , Apostila de Estatística Aplicada em Laboratório CENPES/PETROBRÁS.

PAINEL 21

Determinação de Óxidos Totais de Lantanídeos em Minérios

Carlos Eugenio M. Souza
Bolsista de Inic. Científica, Eng.
Química, UFRJ

José Antonio Pires de Mello
Orientador, Eng^o Químico e Químico
Industrial

1. INTRODUÇÃO

Sob o nome de lantanídeos são agrupados 15 elementos do grupo III da Tabela Periódica, com números atômicos de 57 a 71, inclusive. Tal grupo de elementos foi denominado de terras-raras porque originalmente se pensou que eles eram escassos, assim como devido à aparência terrosa de seus óxidos. Atualmente, sabe-se que tais elementos como um todo, são mais numerosos que muitos outros mais conhecidos e de uso corrente.

A maioria dos lantanídeos é conhecida há mais de 80 anos, sendo exceções o lutécio, descoberto na década de 1920, e o promécio, descoberto nos anos 40. O desenvolvimento de métodos industriais de separação dos elementos do grupo dos lantanídeos data da década de 1950, a partir da utilização do método da troca iônica por resinas. O desenvolvimento de um método de extração