

Essência Técnica do Laboratório



Foto: Ramayana Menezes Braga

República Federativa do Brasil

Luiz Inácio Lula da Silva
Presidente

Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento

Roberto Rodrigues
Ministro

Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária

Conselho de Administração

Luis Carlos Guedes Pinto
Presidente

Silvio Crestana
Vice-Presidente

Alexandre Kalil Pires
Ernesto Paterniani
Hélio Tollini
Marcelo Barbosa Saintive
Membros

Diretoria-Executiva

Silvio Crestana
Diretor-Presidente

Tatiana Deane de Abreu Sá
José Geraldo Eugênio de França
Kepler Euclides Filho
Diretores-Executivos

Embrapa Roraima

Antonio Carlos Centeno Cordeiro
Chefe Geral

Roberto Dantas de Medeiros
Chefe Adjunto de Pesquisa e Desenvolvimento

Miguel Amador de Moura Neto
Chefe Adjunto de Administração



*Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
Centro de Pesquisa Agroflorestal de Roraima
Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento*

*ISSN 0101 – 9805
Abril, 2006*

Documentos 01

Essência Técnica do Laboratório

Rita de Cássia Pompeu de Sousa

Boa Vista, RR
2006

Exemplares desta publicação podem ser obtidos na:

Embrapa Roraima

Rod. BR-174 Km 08 - Distrito Industrial Boa Vista-RR

Caixa Postal 133.

69301-970 - Boa Vista - RR

Telefax: (095) 3626.7018

e-mail: sac@cpafrr.embrapa.br

www.cpafr.embrapa.br

Comitê de Publicações da Unidade

Presidente: Roberto Dantas de Medeiros

Secretário-Executivo: Amaury Burlamaqui Bendahan

Membros: Alberto Luiz Marsaro Júnior

Aloísio Alcântara Vilarinho

Bernardo de Almeida Halfeld Vieira

Helio Tonini

Ramayana Menezes Braga

Normalização Bibliográfica: Maria José Borges Padilha

Editoração Eletrônica: Vera Lúcia Alvarenga Rosendo

1ª edição

1ª impressão (2006): 300

SOUSA, R. C. P.; Essência Técnica do Laboratório. Boa Vista: Embrapa Roraima, 2006...p. (Embrapa Roraima. Documentos, 01)

- Laboratório. 2. Segurança. 3. Técnica. 4. Essência.
I. Embrapa Roraima. II. Título. III. Série.

CDD. 371.382

Autores

Rita de Cássia Pompeu de Sousa

Lic Química, MSc. Técnica Embrapa Roraima, CP 133,
CEP 69301970, e-mail: rita@cpafrr.embrapa.br

SUMÁRIO

Introdução.....	07
I CONSIDERAÇÕES BÁSICAS.....	09
A. Segurança.....	09
B. Riscos.....	13
C. Limpeza do laboratório.....	18
D. Pureza da água.....	21
E. Armazenagem de vidrarias e reagentes.....	21
II.TÉCNICAS ANALÍTICAS BÁSICAS.....	22
A. Pesagem.....	22
B. Uso dos recipientes volumétricos.....	25
C. Preparo de soluções.....	29
III.CONTROLE DE QUALIDADE ANALÍTICA.....	33
IV. DESCARTE DE RESÍDUOS.....	37
V. PRINCÍPIOS TEÓRICOS BÁSICOS.....	45
VI. BOAS PRÁTICAS EM LABORATÓRIO.....	47
VII. PRINCIPAIS EQUIPAMENTOS DE PROTEÇÃO INDIVIDUAL.....	50
VIII. BIBLIOGRAFIA CONSULTADA.....	51

Essência Técnica do Laboratório

Rita de Cássia Pompeu de Sousa

Introdução

O laboratório é um lugar privilegiado para a realização de análises e experimentos. Nos laboratórios da Embrapa Roraima são feitas análises em amostras de solos, corretivos, fertilizantes, folhas, sementes e outros. Para proceder estas análises são utilizados reagentes químicos com elevado grau de toxidez, podendo ser, também, inflamáveis e explosivos. Estas análises são realizadas em recipientes (vidrarias) e equipamentos especiais. Tanto reagentes como equipamentos devem ser usados de acordo com normas e procedimentos que orientem ao técnico na busca dos resultados esperados com toda segurança desejada. Portanto, alguns cuidados devem ser observados, para a realização das análises, de modo a minimizar a possibilidade de acidentes.

A normatização é um parâmetro que orienta todas atividades e facilita a rotina diária, garantindo um padrão uniforme naquilo que a empresa coloca no mercado, criando uma linguagem comum entre todos os níveis hierárquicos da organização, permitindo ainda que as relações corram de forma mais fluída e que os problemas sejam detectados com mais facilidade.

O treinamento prático no uso de métodos, técnicas e instrumentos de laboratório é importante. Além disso o técnico deve inteirar-se das medidas/decisões de emergência para caso de acidente, junto à Comissão Interna de Prevenção de Acidentes (CIPA). Embora a segurança seja de responsabilidade do gerenciamento, não somente o gerente, mas todo o pessoal do laboratório tem obrigação de conhecer os riscos e deve estar diretamente interessado e envolvido na promoção de condições seguras. Quando não existirem métodos descritos, o trabalho deve ser supervisionado por um responsável técnico que conheça ou possa avaliar os riscos envolvidos em uma operação rotineira ou emergencial.

Ao se entrar num laboratório deve-se ter um objetivo específico e planejamento das atividades a serem desenvolvidas. O que vou fazer? Com que objetivo? Quais os

8 *Essência Técnica do Laboratório*

princípios químicos envolvidos nesta atividade? Durante a realização das análises são necessárias anotações das massas e volumes utilizados, tempo decorrido, condições iniciais e finais do sistema, portanto, uma caderneta deve ser usada especialmente para o laboratório possibilitando descrição precisa das atividades realizadas.

Apresentamos aqui no ‘‘*ESSÊNCIA TÉCNICA DO LABORATÓRIO*’’, princípios básicos e práticos, compilados de bibliografias conhecidas, com destaque para as regras elementares de segurança e descarte de resíduos, para profissionais da área, iniciantes e estudantes que buscam conhecimento de forma direta, rápida e eficaz que possibilitem a execução com eficiência e eficácia das análises em laboratório.

Num primeiro enfoque, consideram-se aspectos de segurança na execução dos trabalhos; seguem-se as técnicas básicas e práticas de laboratório; posteriormente, alguns aspectos teóricos dos métodos clássicos de análise.

I. CONSIDERAÇÕES BÁSICAS

A - SEGURANÇA

A Segurança deve ser de importância primária em qualquer laboratório. Muitos reagentes usados diariamente são tóxicos, altamente corrosivos ou ambos. Acidentes, são inesperados e usualmente ocorrem subitamente. *Um laboratório seguro é aquele limpo e eficiente.*

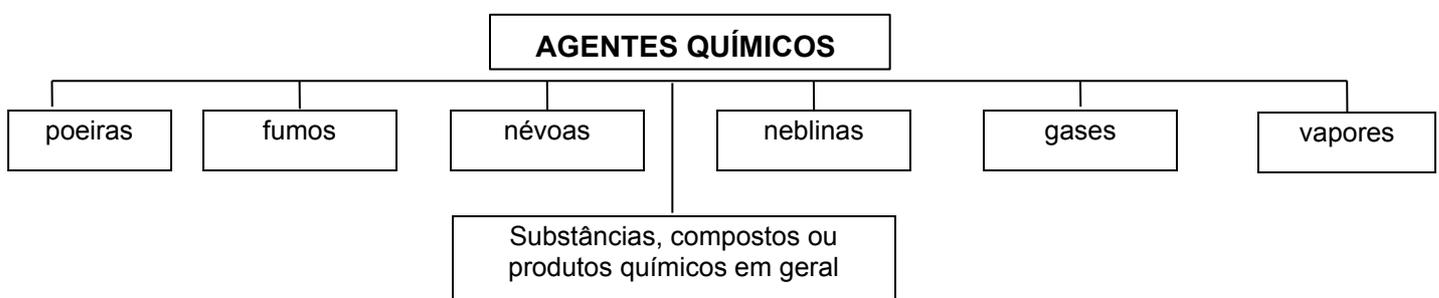
ACIDENTE DE TRABALHO - Conceito Legal

O artigo 19 da Lei Nº 8.213, de 24/07/91, estabelece: “Acidente do trabalho é o que ocorre pelo exercício do trabalho a serviço da empresa, provocando lesão corporal ou perturbação funcional que cause a morte ou a perda ou redução, permanente ou temporária, da capacidade para o trabalho

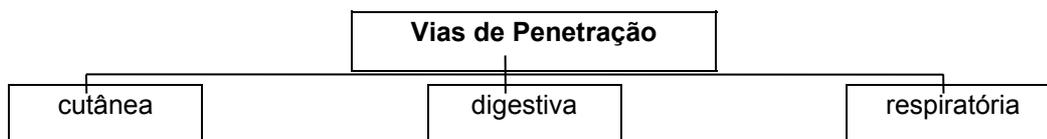
Fatores Determinantes dos Acidentes de Trabalho:

- ➔ Maus hábitos com relação à proteção pessoal diante dos riscos;
- ➔ Desconhecimento de determinadas operações;
- ➔ Valor dado à própria vida;
- ➔ Excesso de autoconfiança ou irresponsabilidade;
- ➔ Pressão para produzir;
- ➔ Imediatismo e ausência de treinamento adequado.

Riscos Químicos: Poeiras, fumos, névoa, neblinas, gases, vapores, substâncias e compostos ou produtos químicos.



Vias de Penetração: Os agentes químicos, quando penetram no organismo, pela circulação sanguínea, podem manifestar seu caráter nocivo em vários órgãos.



1. Equipamentos de Proteção Individual (EPI) e de Proteção Coletiva (EPC)

Procedimento Habitual para sua Segurança no Laboratório

1. Use sempre **óculos de segurança**, **avental** e **jaleco** de mangas longas, de preferência de algodão.
2. Não use saia, bermudas ou calçados abertos. Pessoas que tenham cabelos longos devem mantê-los preso enquanto estiverem no laboratório.
3. Não trabalhe sozinho, principalmente fora do horário de expediente.
4. Não fume, coma ou beba nos laboratórios. Lave bem as mãos antes de deixar o recinto.
5. Ao ser designado para trabalhar em um determinado horário, é imprescindível o conhecimento da localização dos acessórios de segurança.
6. Antes de usar reagentes que não conheça, consulte a bibliografia adequada e informe-se sobre como manuseá-los e descartá-los.
7. Não retorne reagentes aos frascos originais, mesmo que não tenham sido usados. Evite circular com eles pelo laboratório.
8. Não use nenhum equipamento em que não tenha sido treinado ou autorizado a utilizar.
9. Certifique-se da tensão de trabalho da aparelhagem antes de conectá-la a rede elétrica. Quando não estiverem em uso, os aparelhos devem permanecer desconectados.
10. Use sempre **luvas de isolamento térmico** ao manipular material quente.
11. Nunca pipete líquidos com a boca, use **bulbos de borracha** ou **trompas de vácuo**.

Óculos de segurança => Você deve proteger seus olhos do perigo, pois não pode substituí-los.

O uso de óculos de segurança é particularmente importante quando manusear tubos de digestão de ácidos ou tubos Kjeldahl para destilação. **O hidróxido de sódio concentrado usado na destilação pelo método Kjeldahl ataca a pele de forma agressiva. Um simples deslize pode resultar em severas lesões ou cegueira.** Óculos são também recomendados, quando estiver usando o equipamento espectrofotômetro de absorção atômica, não apenas para proteção mecânica, mas também como filtro da luz ultravioleta produzida pela chama.

Capelas=> : Por medidas de segurança todas as preparações de reagentes e os processos de digestão que produzem fumaça devem ser conduzidos dentro de uma capela com exaustor bem acima da linha do teto do prédio para diminuir as chances de refluxo das fumaças exaladas para o laboratório.

Nunca use a capela como um local para guardar equipamentos ou reagentes; o bom funcionamento da capela depende da circulação de ar não obstruído.



Foto: Fábio Gama

Fig. 1 Capela

2. Manuseio de Ácidos e Bases Fortes

Quando diluir ácidos, sempre adicione o ácido à água e nunca o oposto, devido ao potencial espalhante da reação. O H_2SO_4 é especialmente propenso a espalhar, enquanto que HCl produz uma grande quantidade de fumaças irritantes e corrosivas. Use vidro resistente ao calor ou recipientes de polietileno sólido para misturar soluções, devido a grande quantidade de calor gerado quando ácidos e bases são diluídos.

Os ácidos devem ser manuseados na capela, bem como devem ser utilizados óculos de segurança.

Soluções concentradas de ácidos e bases não devem ser deixadas, de um dia para o outro, em recipientes descobertos ou ligeiramente cobertos; fazer isso é um convite a acidentes de trabalho. Transfira soluções de ácidos e bases para recipientes próprios tão logo quanto possível, no mesmo dia que elas forem misturadas.

Etiquetar sempre os vidros, mostrando o seu conteúdo, concentrações e data de preparo.

Um vidro sem etiqueta é um perigo e não deve permanecer no laboratório. Materiais desconhecidos devem ser descartados com cuidado.

Para neutralizar derramamentos dos ácidos, o laboratório deve manter estoque de bicarbonato de sódio (NaHCO_3).

3. **Materiais Tóxicos**

Entre os materiais tóxicos usados, cita-se o dicromato de potássio ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$), fenol ($\text{C}_6\text{H}_6\text{O}$), formaldeído (CH_3OH), cianeto de potássio (KCN), e outros. Muitos materiais tóxicos no laboratório têm efeito cumulativo, isto é, eles exercem seu efeito tóxico por um longo período de tempo. Dessa forma, a exposição a esses materiais deve ser minimizada. Qualquer respingo desses materiais deve ser limpo imediatamente, pela pessoa responsável pelo derramamento. (Este regulamento aplica-se a todos reagentes e/ou soluções do laboratório, mas é particularmente importante para reagentes tóxicos).

Em nenhum momento deixe reagente tóxico ou suas soluções abertas sobre a bancada ou em recipiente sem etiqueta. Após manusear qualquer material tóxico lave as mãos completamente com água e sabão. Nunca deixe comida ou bebidas nas bancadas onde produtos tóxicos foram manuseados.

Não pipete produtos tóxicos ou corrosivos com a boca. Muitas pessoas consideram mais fácil pipetar com a boca do que usando pêra. Entretanto, o uso da pêra ou outro tipo de ajuda para pipetar é sempre recomendado para qualquer tipo de substância, e é ***essencial para produtos tóxicos ou corrosivos.***

Fique atento, saiba quais produtos são tóxicos. Vidros de reagentes contém informações de toxicidade. Além disso, todo laboratório deverá ter um livro contendo informações com relação a produtos tóxicos e procedimentos de primeiros socorros. O laboratório deve manter uma tabuleta com informações sobre materiais tóxicos que são usados.

4. **Fogo**

O fogo é um perigo, principalmente quando gases inflamáveis são utilizados. Incêndios são mais fáceis de prevenir do que extingui-los depois de iniciados. No caso de incêndio, extintores de tamanho adequado e tipo correto são essenciais. Os tipos de extintores “ABC” são bons, pois podem ser usados em todos os tipos de incêndio, inclusive os elétricos.

Cada sala de um grande laboratório deverá ter um extintor de incêndio de fácil acesso, o qual deve ser inspecionado regularmente.

5. Energia Elétrica

O laboratório deve ser constituído de uma fonte de energia segura e confiável. Fora o perigo de incêndio associado aos de equipamentos elétricos, o uso de eletricidade apresenta um risco de choque elétrico considerado letal. Isto em particular acontece freqüentemente em laboratório, onde altas voltagens são usadas junto a soluções de sais e ácidos, que são bons condutores de eletricidade.

Os laboratórios são freqüentemente alimentados com voltagens elétricas de 110 e 220 Volts. Tomadas e fiações nas paredes para as duas voltagens parecem ser idênticas, por isso é importante que sejam identificadas. Equipamentos que operam em 220 Volts funcionam ineficiente em 110 volts, enquanto que ao conectar instrumentos de 110 Volts em tomadas de 220 Volts, geralmente danifica-se o equipamento.

Atenção deve ser dada à segurança e estabilidade da força elétrica disponível ao laboratório. Estabilizadores de voltagens devem ser usados com equipamentos analíticos incluindo medidor de pH, espectrofotômetro de absorção atômica, fotômetro de chama, balança etc.

6. Poeira

Haverá sempre uma certa quantidade de poeira no ar e cuidados devem ser tomados para deixá-la fora dos instrumentos e das amostras. Cubra as amostras quando forem deixadas em repouso por algum tempo, e instrumentos quando não estiverem em uso. A poeira do ar deve ser minimizada para diminuir o potencial de contaminação das amostras. A melhor maneira de controlar as operações que produzem poeira é mantê-las longe das áreas de preparação de análise. As fontes principais de poeira do ar são os filtros sujos do ar condicionado que, além de produzir poeira, são causadores de redução de eficiência para refrigeração.

Limpe os filtros do ar condicionado uma vez por mês: enxágüe os filtros em água corrente, esprema o excesso de água, e ponha para secar.

B. Riscos

As exposições aos vários produtos químicos utilizados nos laboratórios originam riscos à saúde das pessoas que ali trabalham pelas propriedades tóxicas dos mesmos. Tais exposições podem ser de natureza química, física ou biológica.

Estas interações são chamadas de sinergismo, ou ainda, podem ser classificadas: Efeito aditivo: efeito observado é igual à soma dos efeitos individuais da substância envolvida;

14 Essência Técnica do Laboratório

Antagonismo: efeito observado é menor do que aquele esperado ou uma substância reduz a toxicidade da outra e Potencialização: efeito é bem maior que o da soma dos efeitos individuais ou uma delas induzirá a toxicidade da outra.

Quando substâncias químicas se misturam ou se combinam, o que é a regra e não a exceção, elas mudam suas propriedades e, portanto as características de seus riscos para as pessoas expostas.

Os Riscos Existentes em Laboratórios são:

- a) Lesões com produtos cáusticos ou corrosivos;
- b) Queimaduras com produtos inflamáveis;
- c) Acidentes com vidrarias e materiais cortantes;
- d) Acidentes com equipamentos elétricos;
- e) Problemas de exposição à radiação;
- f) Exposição a agentes agressivos ou tóxicos.

A conseqüência da exposição a mais de uma substância, seja ela simultânea ou seqüencial, é difícil de se prever, especialmente quando suas concentrações ambientais são baixas e não são aplicadas medidas preventivas de controle ambiental e de saúde.

Também é preciso considerar que:

- O ambiente de trabalho freqüentemente muda, resultando em diferentes exposições ao longo do tempo;
- As pessoas têm posto de trabalho fixo e, conseqüentemente, as mesmas estão sujeitas a exposições potenciais;
- A totalidade do possível rol de exposições em qualquer ambiente de trabalho não é usualmente conhecida;
- As avaliações toxicológicas são realizadas para substâncias isoladas, ao invés do produto comercial, que em geral contém impurezas. Esse é um ponto muito importante no que se refere às máximas concentrações permissíveis que devem ser interpretadas como guias e não como valores absolutos;
- Os agentes químicos, (Tabela 1), são classificados segundo o grau de risco que apresentam.

Tabela 1:. Classificação de Alguns Agentes Químicos Segundo o Grau de Risco:

<i>Substância</i>	Riscos	Grau de Risco	<i>Cuidados</i>
Ácido cítrico	36	1	26/26
Ácido crômico	8/35	1	✓ 28
EDTA	37	1	22
Ácido fosfomolibdico	8/35	1	22/28
Sulfato de cobre II	22	1	20
Nitrato de prata	34	1	24/25/26
Cromato de potássio	36/37/38	1	22/28
Ácido nítrico fumegante	8/35	2	26
Ácido sulfanílico	20/21/22	2	25/28
Amoníaco 25%	36/37/38	2	26
Anidrido acético	10/34	2	26
Anidrido carbônico	2	2	3/4/7/34
Sulfato de cádmio	23/25/33/40	2	13/22/44
Cianetos	26/27/28/32	2	1/7/28/29/45
Formalina	23/24/25/43	2	28
Nitrogênio - gás	2	2	3/4/7/34
✓ O-toluidina	20/21	2	24/25
Oxigênio - gás	2/8/9	2	3/4/7/18/34
Timerosal	26/27/28/33	2	13/28/36/45
Álcool isobutílico	10/20	3	16
Acetato de etila	11	3	16 /23/29/33
Acetato de butila	11	3	9/16/23/33
Acetona	11	3	9/16/23/33
Ácido clorídrico	34/37	3	26
Acido fórmico	35	3	23/26
Acido láctico	34	3	26/28
Ácido perclórico	5/8/35	3	23/26/36
Ácido sulfúrico	✓ 35	3	26/30
Ácido tricloroacético	35	3	24/25/26
Acrilamida	23/24/25/33	3	27/44
Álcool etílico	11	3	9/16/23/33/7
Álcool metílico	11/23/25	3	7/16/24
Amoníaco	10/23	3	7/9/16/38
Anilina	23/24/25/33	3	28/36/37/44
Benzeno	11/23/24/39	3	9/16/29
Tetracloroeto de carbono	26/27/40	3	38/45
Clorofórmio	20	3	24/25
Fenol	24/25/34	3	28/44
Nitrobenzeno	26/27/28/33	3	28/36/37/45
Ozônio	9/23	3	17/23/24
Dicromato de potássio	36/37/38?43	3	22/28
Hidróxido de potássio	35	3	26/37/39
Permanganato de potássio	8/20/21/22	3	23/42
Tolueno	11/20	3	16/29/33
Xileno	10/20	3	24/25
Acetileno	5/6/12	4	9/16/33
Ácido acético	10/35	4	23/ 26
Ácido fluorídrico	26/27/28/35	4	7/9/26/36/37
Ácido pícrico	2/4/23/24/25	4	28/35/37/44
Ácido sulfídrico	13/26	4	7/9/25/45
Azida sódica	28/32	4	28

Fonte: extraída da Classificação de Agentes Químicos da National Fire Protection Association - NFPA 704-m / USA.

O significado dos códigos referentes às colunas – RISCO (Tabela 2)- e - CUIDADOS (Tabela 3)- podem ser verificados em Códigos de Normas "".

Tabela 2: Riscos (R)

Código	Descrição
1	Risco de explosão em estado seco
2	Risco de explosão por choque, fricção ou outras fontes de ignição
3	Grave risco de explosão por choque, fricção ou outras fontes de ignição
4	Forma compostos metálicos explosivos
5	Perigo de explosão pela ação do calor
6	Perigo de explosão com ou sem contato com o ar
7	Pode provocar incêndios
8	Perigo de fogo em contato com substâncias combustíveis
9	Perigo de explosão em contato com substâncias combustíveis
10	Inflamável
11	Muito inflamável
12	Extremamente inflamável
13	Gás extremamente inflamável
14	Reage violentamente com a água
15	Reage com água produzindo gases muito inflamáveis
16	Risco de explosão em mistura com substâncias oxidantes
17	Inflama-se espontaneamente ao ar
18	Pode formar misturas (vapor) explosivas
19	Pode formar peróxidos explosivos
20	Nocivo por inalação
21	Nocivo em contato com a pele
22	Nocivo por ingestão
23	Tóxico por inalação
24	Tóxico em contato com a pele
25	Tóxico por ingestão
26	Muito tóxico por inalação
27	Muito tóxico em contato com a pele
28	Muito tóxico por ingestão
29	Libera gases tóxicos em contato com a água
30	Pode inflamar-se durante o uso
31	Libera gases tóxicos em contato com ácidos
32	Libera gases muito tóxicos em contato com ácidos
33	Perigo de efeitos acumulativos
34	Provoca queimaduras
35	Provoca graves queimaduras
36	Irrita os olhos
37	Irrita o sistema respiratório
38	Irrita a pele
39	Risco de efeitos irreversíveis
40	Probabilidade de efeitos irreversíveis
41	Risco de grave lesão aos olhos
42	Probabilidade de sensibilização por inalação
43	Probabilidade de sensibilização por contato com a pele
44	Risco de explosão por aquecimento em ambiente fechado
45	Pode provocar câncer
46	Pode provocar dano genético hereditário
47	Pode provocar efeitos teratogênicos
48	Risco de sério dano à saúde por exposição prolongada

17 Essência Técnica do Laboratório

Tabela 3: Cuidados (C)

Código	Descrição
1	Manter fechado
2	Manter fora do alcance das crianças
3	Manter em local fresco
4	Guardar fora de locais habitados
5	Manter em...(líquido inerte especificado pelo fabricante)
6	Manter em...(gás inerte especificado pelo fabricante)
7	Manter o recipiente bem fechado
8	Manter o recipiente em local seco
9	Manter o recipiente em local ventilado
10	Manter o produto em estado úmido
11	Evitar o contato com o ar
12	Não fechar hermeticamente o recipiente
13	Manter afastado de alimentos
14	Manter afastado de...(substâncias incompatíveis)
15	Manter afastado do calor
16	Manter afastado de fontes de ignição
17	Manter afastado de materiais combustíveis
18	Manipular o recipiente com cuidado
19	Não comer nem beber durante a manipulação
20	Evitar contato com alimentos
21	Não fumar durante a manipulação
22	Evitar respirar o pó
23	Evitar respirar os vapores
24	Evitar o contato com a pele
25	Evitar o contato com os olhos
26	Em caso de contato com os olhos, lavar com bastante água
27	Tirar imediatamente a roupa contaminada
28	Em caso de contato com a pele, lavar com...(especificado pelo fabricante)
29	Não descartar resíduos na pia
30	Nunca verter água sobre o produto
31	Manter afastado de materiais explosivos
32	Manter afastado de ácidos e não descartar na pia
33	Evitar a acumulação de cargas eletrostáticas
34	Evitar choque e fricção
35	Tomar cuidados para o descarte
36	Usar roupa de proteção durante a manipulação
37	Usar luvas de proteção apropriadas
38	Usar equipamento de respiração adequado
39	Proteger os olhos e rosto
40	Limpar corretamente os pisos e objetos contaminados
41	Em caso de incêndio ou explosão, não respirar os fumos
42	Usar equipamento de respiração adequado (fumigações)
43	Usar o extintor corretamente em caso de incêndio
44	Em caso de mal-estar, procurar um médico
45	Em caso de acidente, procurar um médico
46	Ingestão, procurar imediatamente um médico, levando o rótulo do frasco ou o conteúdo
47	Não ultrapassar a temperatura especificada
48	Manter úmido com o produto especificado pelo fabricante
49	Não passar para outro frasco
50	Não misturar com...(especificado pelo fabricante)
51	Usar em áreas ventiladas
52	Não recomendável para uso interior em áreas de grande superfície.

4. Principais Meios de Penetração das Substâncias Químicas no Organismo:

Inalação: Maior grau de risco devido à rapidez com que as substâncias químicas são absorvidas pelos pulmões.

A inalação é a principal via de intoxicação no ambiente de trabalho, daí a importância que deve ser dada aos sistemas de ventilação. A grande superfície dos alvéolos pulmonares facilita a absorção de gases e vapores, os quais podem passar ao sangue, para serem distribuídos a outras regiões do organismo.

Absorção: Contato das substâncias químicas com a pele.

A absorção é extremamente crítica quando se lida com produtos lipossolúveis, que são absorvidos através da pele.

Quando uma substância química entra em contato com a pele, pode acontecer a seguinte situação:

- A pele e a gordura protetora podem atuar como uma barreira protetora efetiva;
- O agente pode agir na superfície da pele, provocando irritação primária;
- A substância pode combinar com as proteínas da pele e provocar uma sensibilização;
- A substância pode penetrar através da pele produzindo ação generalizada.

Ingestão: Pode acontecer pela falta de cumprimento de normas de higiene e segurança. Representa um meio secundário de ingresso de substâncias químicas no organismo.

A exposição a agentes agressivos ou tóxicos por ser a mais freqüente é a que muitas vezes causa sérias conseqüências após longos períodos de exposição, pois no laboratório, sempre que abrimos um frasco de um reagente químico, este por sua pressão de vapor, maior ou menor, emitirá vapores em níveis prejudiciais, dependendo da natureza do produto.

C. LIMPEZA DO LABORATÓRIO

A limpeza no laboratório é considerada em parte, como assunto de segurança, especialmente para qualidade dos dados.

Um laboratório sujo torna o trabalho ineficiente e também faz com que os resultados errados ocorram com maior facilidade. Um laboratório limpo é mais seguro, mais eficiente e mais produtivo. Evitar contaminação das amostras requer atenção constante para os detalhes e uma atitude de que tudo e qualquer coisa são suspeitos de serem fontes de contaminação.

1. Pisos e bancadas do laboratório

O piso deve ser varrido e passado pano molhado sempre que necessário. Varrer com vigor também cria pó, que é um potencial de contaminação nos processos analíticos.

Assim, a limpeza deve ser feita de tal forma que minimize a poeira, lembrando de sempre evitar as salas quando as amostras estiverem sendo preparadas.

19 Essência Técnica do Laboratório

As bancadas devem ser conservadas limpas. Não deixe equipamentos sem uso, utensílios de laboratórios ou reagentes sobre a bancada por muito tempo. É importante conservar as bancadas livres de poeira, especialmente as de concreto, pois o concreto tem alto teor de cálcio, criando uma fonte de contaminação, se deixar acumular.

O laboratório deve ter um bom suprimento de toalhas de algodão ou papel absorventes, e estas devem ser usadas para a limpeza das bancadas regularmente.

Conserve as toalhas limpas; Limpar com toalha suja é tão ruim quanto não limpar. Toalhas usadas para limpeza das bancadas não devem ser utilizadas como toalhas de mão, pois há possibilidade de haver substâncias tóxicas na bancada.

2. Vidraria

A Vidraria deve ser bem limpa para evitar resultados errôneos. Uma maneira de testar se o vidro está limpo é olhar o vidro à proporção que a água vai saindo dele. A água deve fluir num filme suave: se a água fica nas paredes e formam gotas, o vidro não está limpo. Isto é particularmente importante para balões volumétricos, pipetas e buretas.



Foto: Fábio Gama

Fig. 2 Pipetador Automático



Foto: Fábio Gama

Fig. 3 Balões Volumétricos

Lave a vidraria em uma solução de detergente neutro. O detergente não deve conter fósforo. Enxágüe em água da torneira e, finalmente, passe três vezes em água destilada ou deionizada. O enxágüe final deve ser com fluxo de água e não somente com a vidraria molhada num banho de água. Conserve os dedos fora das partes internas dos béqueres, frascos e vidros das amostras durante o processo de enxaguar: pegue apenas pelas partes de fora.

3. Limpeza dos Recipientes Volumétricos

Todos os equipamentos volumétricos utilizados em uma análise quantitativa devem estar limpos antes do uso, pois a presença de substâncias gordurosas nas suas paredes internas pode induzir erros ao resultado final da análise.

Os frascos volumétricos podem ser limpos agitando-se uma pequena quantidade da solução de detergente nele introduzido. Caso este procedimento não seja suficiente, costuma-se deixar o frasco imerso em solução sulfocrômica (cerca de uma hora), antes de ser novamente lavado e testado.

4. Técnicas de limpeza

Os balões volumétricos são particularmente difíceis de limpar e enxaguar com eficácia. Este trabalho pode ser feito facilmente, construindo um “lavador volumétrico” de tubos de PVC adaptados com pequenos tubos plásticos nos quais se ajustam balões volumétricos ou baterias de erlenmeyers que devem ser colocados de boca para baixo sobre os tubos.

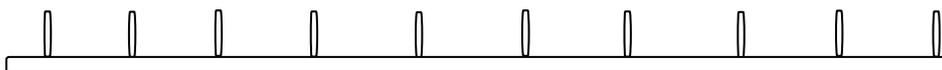


Fig. 6: Modelo de lavador volumétrico de PVC

Conectar com uma fonte de água destilada ou deionizada com pressão suficiente para produzir um vigoroso jato de água para enxaguar os balões. Ocasionalmente (uma vez por mês ou mais) ou se a lavagem não for suficiente, deixar por um dia a vidraria de molho em solução de HCl 1M em um recipiente coberto, então enxágüe bem com água da torneira e depois em água destilada ou deionizada.

Nunca deixe nenhum objeto de metal no banho de ácido.

Para limpeza de uma pipeta, coloca-se um tubo de borracha na sua extremidade e aspira-se a solução de limpeza (a qual sendo corrosiva, não deve ser aspirada com a boca, mas sim com um bulbo ou trompa de vácuo) até um nível acima do menisco. Fecha-se o tubo de borracha com uma pinça ou bastão de vidro e deixa-se a pipeta em repouso por aproximadamente 15 minutos.

5. Soluções de limpeza

Utiliza-se geralmente como soluções de limpeza solução de detergente neutro a 1-2%, solução sulfocrômica ou solução de etanolato de sódio ou potássio. Estas últimas, só devem ser utilizadas em casos extremos, devido ao seu potencial de toxicidade e contaminação do ambiente.

Uma solução de limpeza forte pode ser feita como se segue: Dissolver 100g de grãos de Hidróxido de Potássio - KOH em cerca de 50ml de H₂O, complete o volume para 1 litro com etanol. Esta solução é particularmente boa para remover a graxa ou óleo das vidrarias. Não deixe as vidrarias nesta solução por mais de 60 segundos, visto que o álcali forte causa danos quando se deixa a vidraria em contato com ele por muito tempo. Novamente, óculos de segurança são necessários quando trabalhamos com solução. Deve-se evitar ao máximo o uso repetitivo de alcoolato na limpeza do material volumétrico.

D. PUREZA DA ÁGUA

Deve haver uma fonte de água pura no laboratório, que pode ser destilada ou deionizada. Água deionizada contém pouca quantidade de impurezas orgânicas lixiviadas da resina deionizadora, porém sua qualidade é adequada em qualquer situação onde água destilada é aceita.

Colunas deionizadoras simples estão disponíveis no mercado e não são difíceis de serem instaladas, não requerem muita água para operar, ao contrário dos destiladores que são consumidores de água e energia. Se um destilador for usado, é conveniente equipá-lo com um alarme o qual detectará a falha no suprimento de água e corte no fornecimento de energia.

Existem colunas de deionizadores que tem uma medida de condutividade instalada na saída do fluxo de água, a qual proporciona um aviso quando a qualidade da água não está adequada e a coluna necessita ser trocada. Além disso, o fluxo de água que passa através da coluna deverá ser suficientemente lento para permitir completa interação da água com a resina deionizadora. Um bom método para economizar água é manter um reservatório de água tratada, instalado na parede em cima da coluna deionizadora. A água deionizada pode ser usada no reservatório, quando necessário.

A efetividade de qualquer método depende do nível de contaminação da água disponível suprida. No caso de altos níveis de solutos na água, um esquema de purificação em várias etapas deve ser empregado.

E. ARMAZENAGEM DE VIDRARIA E REAGENTES

1. Armazenagem de Reagentes

Os produtos químicos devem ser armazenados em local separado dos equipamentos de laboratório e vidraria. O local de armazenagem deve ser seco e limpo, livre do excesso de poeira e bem ventilado (preferivelmente com exaustor). As prateleiras abertas são aceitas se não estiverem localizadas em áreas movimentadas. Ácidos e bases fortes freqüentemente produzem fumaças mesmo quando em recipientes adequados, então, a boa ventilação é essencial para amenizar a corrosão e para segurança das pessoas do laboratório.

Não armazene reagentes em mesas, bancadas de laboratório, capelas, ou em algum outro local de alta movimentação onde acidentes sejam comuns. Descarte (**com cuidado!**) alguns produtos de composição desconhecida, armazenados em frascos sem identificação. Reagentes reativos,

corrosivos e tóxicos devem ser claramente identificados de acordo com a natureza do seu perigo.

Não é desejável manter estoque dos reagentes. Mantenha em mãos somente os que serão usados. Alguns produtos químicos têm um tempo de armazenamento indefinido, porém muitos materiais, principalmente reagentes orgânicos irão deteriorar com o tempo.

Estoques de reagentes devem ser organizados para maior eficiência e segurança, por classe de risco. Deve haver um registro escrito do estoque de produtos químicos, incluindo tipos de reagentes, quantidade, e local onde estão armazenados.

2. Armazenagem de Vidrarias

As vidrarias devem ser armazenadas em um local livre de poeira, secas, separadas de áreas de estoque químico e distante de locais onde reações químicas provoquem fumaça. Cabines fechadas ou gavetas são melhores, porém ser for necessário armazenar vidrarias em prateleiras abertas, é necessário cobri-las com tecido ou papel para evitar poeira. Evite deixá-las em locais movimentados para reduzir as chances de quebra por acidentes.

As vidrarias que não foram utilizadas por um longo tempo devem ser lavada com água destilada ou deionizada antes do uso. Nunca devolva vidros sujos ao local de armazenagem.

II. TÉCNICAS ANÁLITICAS BÁSICAS

A - PESAGEM

Quase toda análise química envolve uma operação de pesagem, tanto para medir a quantidade de uma amostra, quanto para realizar o preparo de soluções-padrão. **Por razões óbvias, a balança analítica é um dos instrumentos mais importantes em um laboratório.**

1. Massa e peso

Em química analítica trabalha-se com pesos muito pequenos, da ordem de poucos gramas até alguns miligramas ou menos. As massas conhecidas com as quais compara-se o objeto a ser pesado são chamados de pesos padrões.

Embora na prática, o que se determina seja a massa, a razão delas é igual a razão dos pesos, ao se usar uma balança. Por isso é costume chamá-los de “peso” em vez de “massa” e falar da operação como sendo uma pesagem.

2. Erros na pesagem

Existem alguns erros nas pesagens que devem ser evitados ou corrigidos a fim de se obter pesos corretos numa balança analítica. Estes erros podem ser de origem instrumental, devido à estática elétrica, efeitos atmosféricos ou efeito do empuxo do ar.

Os erros de origem instrumental incluem qualquer erro devido à construção ou manipulação da balança ou dos pesos usados.

Efeitos devido à estática elétrica são produzidos sobre o vidro quando é atritado com um pano ou pedaço de papel. Quando estas peças de vidro eletrificadas são colocadas sobre o prato de uma balança, uma parte da carga é lentamente dissipada na atmosfera e a outra é conduzida pelas estruturas metálicas da balança, criando duas ou mais zonas de cargas iguais sobre ela. Como cargas iguais se repelem mutuamente, haverá uma força atuando sobre os pratos, causando erro no peso medido.

Para contornar tal problema, devemos deixar passar um tempo razoável entre o instante da limpeza dos vidros e a operação de pesagem, a fim de que qualquer carga possa se dissipar completamente.

Com relação a efeitos atmosféricos considera-se o fato de que alguns materiais ganharão peso quando expostos ao ar, enquanto outros perderão peso. Isso pode ser causado por absorção ou perda de água, dióxido de carbono, etc. Por isso, materiais quentes devem ser deixados esfriar dentro de um dessecador antes da pesagem, evitando com isso que ele venha a absorver água ao se resfriar na atmosfera ambiente.

1. Pesagem e cuidados com uma balança de prato único

A balança deve ficar protegida de qualquer tipo de choque, a fim de evitar danos às suas partes mais sensíveis, como por exemplo, os pontos de apoio do sistema oscilante. Ela deve ficar protegida de poeira e corrosão.

Algumas regras importantes, com as quais devemos nos familiarizar antes de trabalhar com qualquer tipo de balança analítica são:

- ➔ Nunca tocar com as mãos os materiais a serem pesados. Estes devem ser manipulados com uma pinça, espátula ou com um pedaço de papel limpo;
- ➔ Todo material deve ser pesado a temperatura ambiente para se evitar erros devido à formação de correntes;
- ➔ Nunca colocar reagentes diretamente sobre os pratos da balança, e sim pesá-los em recipientes adequados, tais como pesa-filtro, béquer pequeno, vidro de relógio ou até mesmo em papel apropriado para pesagem (papel acetinado). Sempre que alguma substância cair sobre o prato da balança, esta deve ser imediatamente limpa com um pincel macio;

- Manter sempre as laterais da câmara de pesagem fechadas quando se faz a leitura do peso, pois qualquer corrente de ar externa pode causar erro de leitura;
- Nunca colocar ou retirar objetos do prato de uma balança sem que esta esteja travada.

1. Localização e calibração

As balanças devem ser mantidas e usadas em local limpo, sem corrente de ar, sem vibração e niveladas. As balanças devem ser cobertas quando não estiverem em uso para evitar sujeira.

Balanças modernas são confiáveis e acuradas, mas sua acurácia deverá ser testada pelo menos uma vez por mês, usando um jogo de pesos de calibração. Esse jogo de pesos de calibração deve ser mantido em local seco e no estojo apropriado e não, em nenhuma circunstância, serem manuseados com os dedos. Os pesos devem ser manuseados com pinças plásticas (nunca com pinças metálicas).

Deverá ser mantido um registro de calibração, incluindo: data, nome do técnico que fez a calibração, pesada atestada de um dado peso de calibração, e o peso medido. Registrar as determinações de peso ao número de decimais constantes da balança. Os registros de calibração devem ser mantidos próximos das balanças.

Ao pesar os reagentes, limpa-se o recipiente antes de abri-lo.

Nunca retorne o material ao frasco de reagentes; o excesso deverá ser jogado fora. Não coloque substâncias diretamente no prato.

1. Uso de balança

O uso de balanças abertas de pratos é relativamente simples. Após ligar a balança, coloca-se um béquer ou um papel de pesagem no centro do prato, e zera-se a balança. Coloca-se o material a ser pesado no béquer ou papel e registra-se o peso.

Se correntes de ar acusarem instabilidade na pesagem (comum em balanças abertas de três casas decimais) uma simples proteção feita com uma caixa de papelão excluirá as mudanças e aumentará a estabilidade das leituras. Como sempre acontece, nunca deixe materiais derramados nas balanças ou nas mesas.

O uso de balanças com quatro decimais requer mais cuidados para serem obtidos resultados acurados. Após ligar a balança, fecha-se a porta, espera-se alguns segundos para se dissipar as correntes de ar e zera-se o instrumento. Após, abre-se à porta, coloca-se a substância a ser pesada no prato, fecha-se à porta, espera-se a estabilidade da leitura e, então, registra-se a pesagem. O ponto médio é o ponto em que todas as leituras (incluindo o zero) devem ser feitas com a porta fechada e somente após a estabilização.

B - USO DOS APARELHOS VOLUMÉTRICOS

A vidraria volumétrica é importante no laboratório para diluição de alíquotas e preparo de padrões. Segundo Jeffery et al. (1992), vidraria volumétrica é aquela destinada à análise quantitativa. Em geral, é fabricada dentro de limites especificados, particularmente no que se refere à exatidão da calibração.

Tipos básicos de vidrarias volumétricas e seus usos

1. Pipetas



Foto: Fábio Gama

Fig. 4 Pipeta Volumétrica

As pipetas são geralmente calibradas à liberação (T.D., to deliver): isto é, elas liberam seus volumes indicados quando preenchidas até a marca. São usadas para transferir líquidos e para adição de volume de solução padrão a um balão volumétrico.

Existem dois tipos básicos de pipetas que são: as volumétricas e as graduadas.

As *volumétricas* têm uma única marca de calibração e cada pipeta libera um volume específico. Elas são encontradas com volumes variados de 1ml a 100ml.

As pipetas volumétricas são mais acuradas do que as graduadas e são as únicas que devem ser usadas para preparo de soluções padrões.

As *pipetas graduadas* têm uma série de marcas de calibração e podem liberar vários volumes, quando necessário. Elas devem ser usadas para indicações de reagentes ou outros usos onde a acurácia não é suprema. ***Não deve ser usada para preparo de padrões.***

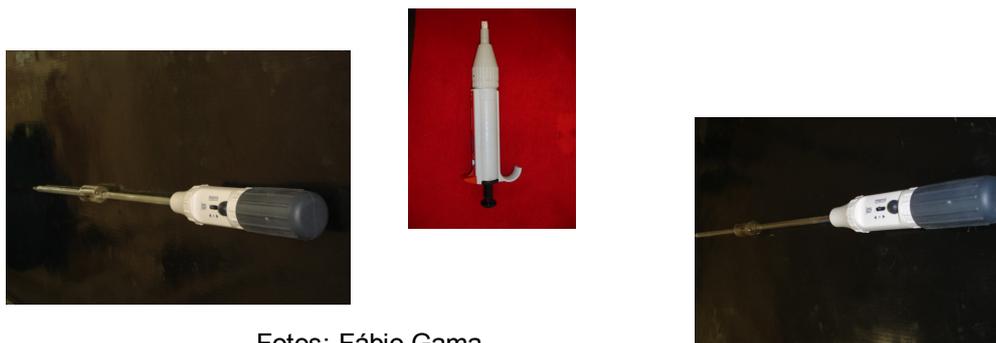


Foto: Fábio Gama

Fig. 5 Pipeta Graduada

O uso adequado de pipetas requer algum cuidado. Primeiro, nunca se pipeta diretamente da garrafa do reagente, pois há risco de contaminar o estoque interior do reagente. Coloca-se o reagente dentro de outro recipiente limpo e pipeta-se desse recipiente (**usa-se a pipeta com uma pêra para materiais tóxicos ou corrosivos**). Enxágua-se a pipeta com uma pequena porção do reagente e então encher a pipeta com o reagente ligeiramente até acima da marca. Ajusta-se o nível do líquido (menisco inferior) a marca através da pressão do dedo. Drena-se a pipeta dentro do recipiente receptor com a pipeta ou o recipiente retido ligeiramente inclinado com a própria ponta da pipeta tocando o local do recipiente. Esperar 10-15 segundos na mesma posição para permitir a completa drenagem, tocando a gota final no lado do recipiente. Não sobre a gota do líquido que permanece na pipeta; a pipeta é calibrada para liberar seu volume indicado com essa gota permanecendo na ponta.

As *Pipetas Automáticas* são usadas para pipetagens repetitivas. Por exemplo, na diluição de uma série de amostras a pipeta automática é freqüentemente usada. Consiste de um pistão e uma mola de pressão para voltar o botão, ao qual é fixado um bico plástico removível.



Fotos: Fábio Gama

Fig. 6 Pipetas Automáticas

Esse tipo de pipeta freqüentemente pode liberar volumes repetidos que são ligeiramente acurados. Contudo, sua acurácia e precisão devem ser checadas regularmente.

As pipetas devem ser lavadas imediatamente após o uso e nunca deixá-las secar com a solução reagente dentro delas. Se requererem maior limpeza, devem ser colocadas de molho com as pontas para cima em uma proveta grande cheia de solução diluída de ácido ou detergente. Enxágua-se completamente e drena-se com as pontas para cima. Guarde as pipetas de tal forma que as pontas não entrem em contato com paredes ou com a superfície das bancadas, devidamente cobertas para evitar poeira.

2. Buretas

As buretas são semelhantes a pipetas graduadas, as quais são calibradas para liberar vários volumes de líquido. Contudo, as buretas são equipadas com uma válvula

conhecida como stopcock a qual permite melhor controle do fluxo da solução. A limpeza e uso adequado das buretas são semelhantes aos das pipetas. As buretas são freqüentemente utilizadas para **titulações**, nas quais uma certa propriedade analítica é relacionada ao volume do reagente adicionado da bureta.

Um papel retido atrás da bureta com uma marca preta sólida de 1cm de largura e 5cm de comprimento é um auxiliar na leitura do volume correto.

3. Balões volumétricos

Estes existem em vários tamanhos: os mais úteis em laboratórios variam nos tamanhos de 25 ml a 2 L. Os balões volumétricos são usados para diluição de alíquotas, preparo de padrões e outros usos onde se deseja acurácia nas medidas.

Os balões volumétricos são geralmente calibrados ao conteúdo (T.C., to contain): isto é, eles contém seus volumes indicados quando cheios na marca. Mesmo que algum líquido permaneça no balão quando esvaziado, ele não deve ser recuperado.



Foto: Fábio Gama

Fig.7 Balões Volumétricos

Toda vidraria volumétrica é calibrada para conter ou liberar o volume indicado quando o “menisco inferior” está contando a marca de calibração. Se os líquidos no balão não estiverem à temperatura ambiente deixe-os atingir essa temperatura antes de encher o balão até a marca.

É essencial a mistura adequada nos balões volumétricos. Após o preenchimento até a marca, o balão deve ser firmemente tampado e, então, invertido com o movimento rotativo ou de agitação para misturar o conteúdo. Após, retorna-se o balão na posição normal e

deixam-se as bolhas subirem. Repete-se o processo de inversão e agitação por pelo menos 10 vezes.

É importante lembrar que a vidraria volumétrica não deve ser seca em estufa porque sofre alterações.

4. Influência da temperatura

Nem sempre se trabalha com os materiais volumétricos na mesma temperatura em que eles foram aferidos. Por outro lado, às vezes, ao se preparar uma solução num balão, nem sempre esta é usada na mesma temperatura. É comum acertar-se o menisco de uma solução numa tarde e, na manhã seguinte com o abaixamento da temperatura, o menisco se apresentar abaixo da marca.

Assim sendo é importante saber a grandeza do erro que se comete, devido à variação de volume do material de vidro e das soluções com a temperatura.

5. Calibração da vidraria volumétrica

Toda vidraria volumétrica deve ser checada periodicamente por meio de calibração adequada. Na prática, isto é feito raramente em balões e pipetas volumétricas na maioria dos laboratórios, o que pode se constituir numa fonte potencial de erro analítico.

Para pipetadores automáticos, entretanto, os quais estão muito mais sujeitos a mudanças nos seus volumes liberados, são indispensáveis as checagens periódicas desses volumes. Para pipetadores com volumes variáveis, o volume liberado deverá ser checado toda vez que o volume variar.

O procedimento seguinte pode ser feito rapidamente e ainda pode servir como guia geral para manter a performance da pipeta.

Coloca-se um béquer na balança (2 ou 3 casas decimais) e zera-se a balança. Enche-se o pipetador com água destilada como no uso normal, e coloca-se a água no béquer. Embora o volume de água varie com a temperatura, o peso dela deve ser em torno de 1g/ml do volume dosado; isto é, uma pipetagem de 10 ml deverá liberar 10g de água. Se o peso for muito diferente disso, a pipeta deverá ser consertada. Para testar a precisão (repetibilidade), zera-se novamente a balança e coloca-se outro volume de água no béquer. Repete-se a pipetagem por 10 vezes e anotam-se os resultados. Os resultados das repetidas pipetagens não devem variar mais do que 0.01-0.02g. Se o pipetador não liberar volume constante de líquido, seu uso no preparo de diluições de amostras deverá ser descontinuado.

C - PREPARO DE SOLUÇÕES

1. Padrões

Todos os resultados produzidos pelo laboratório dependem dos valores analíticos obtidos para uma série de soluções padrões de concentração conhecida dos elementos em questão. Conseqüentemente, o adequado e cuidadoso preparo das soluções padrões é de extrema importância, uma vez que os resultados não podem ser melhores do que essas soluções, nas quais elas são baseadas.

2. Soluções Padrões Primária

São também chamados de substância tipo. São as substâncias obtidas com alto grau de pureza e, pelas suas propriedades físico-químicas, conservam essa pureza por um longo período. As soluções padrões estoque, de concentração garantida para vários elementos, podem ser compradas no comércio, facilitando o preparo de soluções padrões de trabalho. As soluções padrões estoque devem ser guardadas em geladeira e deve-se permitir que atinjam a temperatura ambiente antes de serem usadas.

Nunca pipete diretamente do recipiente da solução estoque e sim, coloque um pouco da solução em outro recipiente limpo para pipetar.

Toda solução padrão estoque tem uma data de expiração e, após essa data, não deve ser utilizada. É uma boa providência checar ocasionalmente as soluções padrões estoque em comparação com outros, como uma medida de segurança de que as concentrações permaneçam de acordo com o atestado nas embalagens.

a. Preparo de Soluções Padrões de Reagente Sólidos

Para alguns elementos é conveniente preparar soluções padrões estoque de sais puros. Entretanto, são necessárias algumas precauções para assegurar as concentrações desejadas dessas soluções padrões.

Use somente reagentes analíticos de qualidade, puro para análise (P.A.), no preparo das soluções padrões. Quando pesar um reagente de um recipiente, nunca retorne o restante, descarte o excesso. Não coloque a tampa do recipiente de boca para baixo sobre a bancada. Coloque a tampa com a boca para cima para evitar contaminação da mesma e, conseqüentemente, do reagente. Nunca deixe o recipiente aberto sobre a bancada.

Utilize dessecadores, pois muitas substâncias são higroscópicas, isto é, elas absorvem umidade do ar. Essas substâncias devem ser secas antes para ficarem apropriadas ao uso no preparo de soluções padrões. Muitas secam melhor em estufas a 105 °C ou mais. A temperatura ótima para secagem varia de substância para substância. Usa-se uma estufa que seja reservada para materiais livres de impurezas. Para saber se o material está convenientemente seco, checa-se o peso ocasionalmente, e quando o peso estiver constante (sem diferenças entre pesagens sucessivas) a substância está suficientemente seca para uso.

Dessecador é um recipiente grande de vidro ou plástico com uma tampa bem ajustada que é usado para secagem e estocagem de materiais. Se for de vidro, a superfície de ajustamento da tampa pode ser lubrificada com graxa de silicone (não excessivamente) para proporcionar um bom lacramento. Deixa-se a tampa ligeiramente fora do centro para facilitar a remoção posterior. Muitos materiais químicos são usados como materiais dessecantes, tais como (listados em ordem crescente de eficiência de secagem) CaCl_2 desidratado, sílica gel, Al_2O_3 ativado, CaSO_4 desidratado (gesso ou "Drierite"). Os três últimos materiais podem ser obtidos com um indicador químico que é azul quando seco e róseo quando úmido. Quando o dessecante se torna úmido (róseo), ele pode ser recuperado através da secagem em estufa: 150-180 °C para sílica gel, 200-230 °C para Al_2O_3 e 230-250 °C para CaSO_4 .



Foto: Fábio Gama

Fig. 6 Dessecador

Alguns materiais não podem ser secos em estufas ou só podem ser secos em baixa temperatura. Essas substâncias são instáveis ao calor elevado ou são substâncias que contêm água na formulação (hidratados); isto é, suas fórmulas químicas incluem uma ou mais moléculas de água. O calor excessivo durante a secagem pode levar à perda da molécula de água, causando a perda de peso. Em geral essas substâncias não são boas para uso nas soluções padrões, mas se necessário elas podem ser secadas no dessecador.

2.1.1 Pesagem e Transferência de Material (Reagente)

Pesa-se a quantidade calculada do material em uma balança com 4 casas decimais que tenha sido recentemente calibrada. Pesa-se o material dentro de um pequeno recipiente ou vidro de relógio. A pesagem deve ser conduzida cuidadosamente, o mais rápido possível para que o material não absorva umidade do ar e adquira peso. Transfere-se o material através de um funil para balão volumétrico. Em seguida, enxágua-se o recipiente

e o funil diversas vezes com água destilada ou deionizada. Em seguida completa-se o balão até a marca, homogeneizando-a muito bem, certificando-se de que todas as soluções estejam em temperatura ambiente.

3. Preparo de Soluções Padrões de Trabalho

Soluções padrões de trabalho são preparadas das soluções padrões estoque e são padronizadas de acordo com a quantidade utilizada nas análises de amostras no dia-a-dia. A variação de concentração da solução padrão deve considerar a esperada variação na concentração das amostras.

Deve-se considerar ainda, a Matriz de ligação, ou seja, refere-se a mistura do padrão na mesma solução em que amostras estão sendo digeridas ou extraídas. Por exemplo, padrão para análises de plantas deve ser misturado com os mesmos ácidos usados para digestão na mesma concentração que ocorre no extrato diluído.

4. Cálculo de Concentração para os Padrões

Uma fórmula simples no cálculo do volume necessário à obtenção das concentrações desejadas da solução padrão de trabalho é a seguinte: $C_1V_1 = C_2V_2$

Onde C e V referem-se à concentração e ao volume. C_1 é a concentração da solução padrão estoque, C_2 é a concentração desejada da solução padrão de trabalho (que é o tamanho do balão volumétrico). V_1 é o volume (desconhecido) da solução padrão estoque necessário para preparar a solução padrão de trabalho. Resolvendo-se para o volume desconhecido V_1 tem-se:

$$V_1 = C_2V_2 / C_1$$

Exemplo: Que volume de uma solução padrão estoque de 250 ppm de um elemento é necessário para preparar 1000ml de uma solução padrão de trabalho de 2.5 ppm?

$$V_1 = C_2V_2 / C_1$$

$$V_1 = (2.5 \cdot 1000) / 250 = 10 \text{ml da solução padrão estoque.}$$

Qualquer variação na concentração da solução padrão de trabalho pode ser determinada dessa maneira. Uma vez que as desejáveis concentrações da solução de trabalho tenham sido estabelecidas, a qual pode ser usada e preparada quando novos padrões de trabalho forem necessários.

5. Etiquetagem

Cada solução padrão de trabalho deve ser etiquetada com as seguintes informações; solvente ou “matriz” no qual está dissolvida; data de preparo; e as iniciais do preparador. Isso pode ser listado diretamente no frasco ou recipiente de estocagem. As fitas adesivas ou etiquetas são mais fáceis de uso e as informações não se perdem facilmente.

6. Estocagem

As soluções padrões podem ser estocadas em balões volumétricos bem lacrados, ou podem ser transferidas para outros recipientes que possam ser lacrados. Enquanto as soluções padrões estoque são estáveis por longo período, as soluções padrões de trabalho, de menor concentração, são menos estáveis e não podem ser estocados por longo período.

Alguns autores recomendam preparar soluções de trabalho diariamente ou semanalmente.

Independente do tempo de estocagem, as soluções padrões de trabalho devem ser descartadas e outras preparadas quando o volume existente no recipiente de estocagem tiver mais ou menos 1/3 do volume inicial.

7. Diluições

Semelhante ao preparo de padrões, as diluições devem ser feitas cuidadosamente e com acurácia para assegurar bons resultados.

As concentrações das soluções padrões de trabalho devem ser escolhidas de tal forma, que quando a alíquota for tomada para análise, as concentrações finais das soluções analisadas estejam na mesma faixa daquelas nas soluções das amostras.

Às vezes, são necessárias diluições adicionais a partir de diluições usualmente empregadas para análises. Se assim for, padrões de mais altas concentrações devem ser preparados e seguidos exatamente os mesmos passos de diluição como para as amostras.

Para enfatizar o ponto acima: **As amostras e padrões devem ser tratados da mesma forma.** A razão é, nenhuma etapa da diluição é perfeita devido às variações na vidraria volumétrica, técnica de laboratório, etc. Se os padrões são tratados diferentemente das amostras, acumulam-se os erros e produz-se então resultados de má qualidade. Porém, se os padrões recebem o mesmo tratamento, estes erros tendem a ser eliminados.

Esse princípio de tratamento de amostras e padrões do mesmo modo é particularmente importante quando se usa pipetas automáticas ou diluidores mecânicos no preparo de

amostras para análises. Pipetas automáticas não são acuradas como as pipetas volumétricas, mas são aceitáveis quando o seguinte é verdadeiro:

- 1) A diferença entre volumes e sucessivas pipetagens não é significativa (isto é, a precisão é boa) e;
- 2) Os padrões são diluídos usando-se as mesmas pipetas (qualquer erro na acurácia da pipeta é eliminado devido os padrões terem recebido o mesmo tratamento).

III. CONTROLE DE QUALIDADE ANALÍTICA

A qualidade dos resultados analíticos é muito importante, uma vez que muitas decisões são tomadas com base nos dados gerados nos laboratórios.

Por exemplo: se as amostras são de pesquisas experimentais, as decisões baseadas nos resultados errôneos do laboratório afetarão muitas pessoas. Se as recomendações de fertilizantes para uma cultura de uma região são feitas com base em informações errôneas, a renda de muitos agricultores provavelmente será prejudicada devido a imprópria fertilização recomendada.

Devido a isso, cada etapa dos procedimentos no laboratório, desde a mais simples à mais complexa, torna-se importante. É importante também que os procedimentos laboratoriais sejam padronizados, ou seja, não devem ser feitos somente de forma correta, mas também devem ser feitos do mesmo modo sempre.

O controle de qualidade em laboratórios engloba vários tópicos, os quais também podem ser divididos em: o que trata de variabilidade na amostragem e nos procedimentos analíticos, do manuseio de dados, cálculo e transcrição dos resultados.

Erros de amostragem podem ocorrer no campo ou durante a redução de amostra de campo para sub-amostra de laboratório.

1. Tipos de erros

Erros determinados: são erros constantes, também conhecidos com tendência. Esses erros tendem a uma ou outra direção, causando resultados constantemente altos ou baixos. Erros determinados afetam a acurácia e a determinação. Esses erros podem ser devidos à técnica inadequada, um método que não mede a quantidade intencionada, erro instrumental ou descalibração, etc.

Método que pode reduzir os erros determinados inclui: adequada calibração, determinação de brancos e uso de amostras controle.

Erros indeterminados: também conhecidos como erros do acaso, são erros que não são consistentemente em uma ou outra direção, mas que ocorrem ao acaso durante uma análise. Erros indeterminados afetam a precisão de uma determinação, isto é, eles aumentam a variabilidade dos resultados e diminuem a confiança dos valores obtidos.

Uso de curvas padrões. Em muitos procedimentos analíticos curvas padrão são utilizadas e, por dependerem da qualidade dos padrões preparados, também dependem da qualidade da leitura instrumental feita nesses padrões. A resposta instrumental pode flutuar, a energia elétrica pode variar, a quantidade de aspiração na amostra pode mudar e assim por diante. Para assegurar uma curva padrão de aceitável qualidade, múltiplas leituras dos padrões devem ser feitas. Em todos os casos devem ser lidos os padrões no início e no final de uma bateria de amostras.

Se uma grande quantidade de amostras está sendo analisada, lê-se os padrões a cada 50 amostras. Tira-se a média das leituras padrões para se obter a curva padrão média para a análise. Se a resposta do instrumento variar muito durante as análises, pode ser necessário calcular diferentes fatores para diferentes porções das análises.

2. Procedimentos analíticos para acurácia e precisão nas análises de laboratórios

Acurácia: refere-se à proximidade do resultado ao do “valor real” estimado, considerando-se que o valor real é conhecido.

Precisão: refere-se a repetibilidade de uma série de determinações, ou que proximidade têm uma da outra em uma série de determinações. Resultados precisos não são necessariamente acurados e vice versa.

Uso de brancos e amostras controle.

O branco pode ser usado para detectar contaminação em vidrarias ou em reagentes, bem como para detectar mudanças nas respostas dos instrumentos. Os brancos e amostras controle podem servir como “marcas” em uma série de amostras, tornando-se mais fácil de verificar se toda amostra está sendo analisada.

As amostras controle ou amostras padrões são semelhantes ao branco, mas são amostras de tecido de planta, solo ou outros, de composição conhecida, as quais são incluídas nas análises para assegurar que o método está com boa performance.

Branco e amostras controle de composição conhecida devem ser incluídos em cada bateria de amostras a serem analisadas. Não deve ser confundido o termo “branco” com o padrão zero para um dado elemento; eles não são a mesma coisa.

O branco é feito exatamente da mesma forma como para as amostras, só não contém materiais de solo, planta ou outros. Se um grande número de amostras está sendo analisado deve ser incluído um branco a cada 20 ou 30 amostras, sendo a primeira e a última um branco.

1. Existem dois tipos de amostras controle ou padrão: Internas e externas.

As amostras - controle internas são aquelas que são usadas somente em um laboratório. As amostras - controle internas proporcionam informações sobre a precisão e estabilidade de uma média, mas não informam ao operador sobre a acurácia dos resultados a menos que uma estimativa independente (de outro laboratório) do teor elementar das amostras esteja disponível.

As amostras de controle interno são úteis e por isso devem ser cuidadosamente preparadas em grande quantidade, devem ser bem misturadas, bem secas, e estocadas em recipientes bem tampados. Um laboratório deve ter uma série de amostras tanto de solo como de plantas ou outros representando a variação dos tipos de amostras e composições encontradas na análise de rotina. Uma única amostra controle não é suficiente. Amostras controle e brancos devem ser incluídos em cada bateria de amostras. Uma amostra padrão ou amostra branca deve ser incluída em cada 10 ou 20 amostras.

Deve ser feito um gráfico para registrar os resultados da amostra controle por um longo período para assegurar a estabilidade dos resultados em longo prazo. Esse gráfico pode ser afixado na parede para permitir uma rápida visão da qualidade do resultado de uma análise.

Amostras controle externas são aquelas para as quais estimativas independentes do teor elementar estão disponíveis. Amostras usadas pelo estudo do teor elementar estão disponíveis. Amostras usadas pelo estudo brasileiro de controle de qualidade em laboratórios são exemplos de amostras - controle externas. Amostras para as quais existem resultados analíticos independentes, fornecem ao laboratório informações relacionadas à acurácia dos resultados. Todo laboratório deve participar de um programa de controle de qualidade tal como o mencionado acima se houver oportunidade.

3. Encaminhamento das amostras e manuseio dos dados

Deve ser mantido bom e completo registro de todas as amostras que entram no laboratório. Isto porque quando são solicitadas informações sobre uma amostra, os registros devem estar suficientemente completos para se encontrar os dados originais.

Livros de capa dura são os melhores para manter os registros permanentes, embora cadernos possam ser também aceitáveis.

Os livros ou cadernos de registros devem ser guardados em locais de fácil acesso e organizados de tal modo que sejam recuperados sem dificuldade. Todos os registros devem ser feitos com caneta, de preferência a prova de água e de cor preta. Deve ser evitado o uso de corretivos nos livros de registro. Quando houver erros risca-se com uma única linha sobre o erro e coloca-se o novo registro acima ou abaixo do anterior.

Tão logo seja possível, após a chegada das amostras, estas devem ser registradas com o único número de protocolo, o qual deverá constar do livro de registro. Incluso com número de protocolo devem constar as seguintes informações: identificação de campo, nome de remetente, uma breve descrição do nome do experimento, se for o caso, descrição do tipo de amostra, análises solicitadas e iniciais da pessoa que fez os registros. Os resultados analíticos devem ser mantidos em um ou mais livros de registros identificados com o número de protocolo da amostra, resultado analítico (podendo ou não constar dados brutos de leituras do aparelho) e os dados de análise. Outras informações podem ser incluídas se desejável.

As folhas com os dados originais devem ser preenchidas a lápis, embora seja preferível com caneta. Cada grupo de amostras deverá conter informações que identifiquem o experimento, os dados das análises realizadas, o número de protocolo da amostra e o nome do laboratorista que realizou a análise.

A folha final dos dados deve conter suficientes informações de identificação de tal modo que os dados originais das análises possam ser recuperados sem dúvidas, tal como se fosse uma identidade das amostras. Quando do preparo da folha final de dados, a ser entregue ao usuário, o laboratório deve estar seguro de que não existem erros ou eles são mínimos. Para tanto, devem ser feitas checagens de cálculos para assegurar que eles estão corretos e rever a parte copiada para ter a certeza que não houve erro na transcrição.

O uso de computadores na manutenção de registros pode aumentar a eficiência do manuseio dos dados e facilitar o encaminhamento das amostras. Contudo, sem um plano bem desenvolvido para o arquivamento dos dados nos arquivos do computador, o sistema pode rapidamente se tornar imanejável. Um adequado sistema de arquivo, com nomes e catálogos deve ser desenvolvido antes de mudar os registros do computador. Se usar computador para os cálculos dos resultados finais, os dados originais que foram colocados no computador devem ser comparados com a folha de dados originais para minimizar a margem de erros.

Deve ficar claro que arquivos de computador em disquetes, discos ou outros meios magnéticos de estocagem de dados não substituem os registros escritos nos livros apropriados, organizados e guardados para fácil recuperação. Os meios magnéticos de armazenamento de dados podem ser danificados por poeira, arranhões, fumaças corrosivas, ímãs e uma série de outras coisas.

Não se deve confiar somente em meios magnéticos de estocagem de dados

IV. DESCARTE DE RESÍDUOS

Os produtos químicos de laboratório são geralmente resíduos de “caráter especial”. A eliminação de tais resíduos deve ser cuidadosa observando-se as leis físicas válidas em seu correspondente estado (ou forma). Recomenda-se sempre o contato com órgão responsável (NBR 10.004, NBR 12808) ou com o responsável no programa de disposição de resíduos da instituição.

1. Eliminação de Resíduos de Laboratório

Os resíduos químicos também podem ser classificados como resíduos de processo ou descarte de materiais químicos comerciais. Esta distinção é importante na rotulagem.

Um resíduo de processo é aquele que em virtude de algum uso, processo ou procedimento, não atende as especificações originais do fabricante. Exemplos: efluentes de colunas cromatográficas, produtos diluídos, misturas reacionais, papéis contaminados, etc.

Mesmo que um resíduo de laboratório não se enquadre em nenhuma destas classes ou esteja listado nas tabelas, deve haver regras específicas de descarte, definidas no âmbito da própria instituição.

2. Recolhimento de Resíduos de Laboratórios

Para que tais resíduos de laboratório possam ser eliminados de forma adequada é necessário:

- a) Ter-se à disposição recipientes de tipo e tamanho adequados;
 - Os recipientes coletores devem ter alta vedação, serem confeccionados de material estável e, em alguns casos, serem combustíveis;
 - Deve-se colocar em local ventilado, principalmente quando contiverem solventes.

3. Classificação dos resíduos

Um resíduo químico é considerado de risco quando listado especificamente em publicações dos órgãos oficiais de controle, nacionais e internacionais ou se enquadra em uma das quatro características a seguir:

1. Resíduo que possa servir como fonte de ignição

Um líquido que tenha o ponto de fulgor de menos que 140°C. Um sólido capaz de causar fogo por fricção ou absorção de umidade ou que sofre mudanças químicas espontâneas que resultem em queima vigorosa e persistente.

2. Resíduos corrosivos

Soluções aquosas de pH menor ou igual a 2 ou maior ou igual a 12,5.

3. Resíduos reativos

Soluções aquosas de materiais instáveis que sofram mudanças químicas violentas sem detonação, possam reagir violentamente com água formando misturas potencialmente explosivas ou que possam gerar gases perigosos ou possivelmente letais. Materiais detonantes ou explosivos também são incluídos nesta classe.

4. Resíduo tóxico

Resíduo que contém um dos seus componentes em concentrações iguais ou maiores que os valores das tabelas de concentração máxima de resíduos tóxicos.

3.1 Algumas classificações específicas de resíduos. (Adaptado de publicação da Michigan State University)

1. Soluções de formol ou formaldeído

O formaldeído é um agente suspeito de provocar câncer com baixos índices de exposição permitida e poucos sintomas de advertência. Soluções diluídas devem ser estocadas segundo critérios específicos definidos por órgãos oficiais ou no Plano Interno de Higiene e Segurança da Instituição

2. Soluções de brometos de etídio

39 *Essência Técnica do Laboratório*

São agentes mutagênicos em altas concentrações. Soluções muito diluídas devem ser descartadas com descargas em vasos sanitários ou linhas de esgoto especiais. A concentração máxima para a execução destes procedimentos é de 5 ppm. Não dilua soluções propositadamente para atingir este valor.

Géis de brometo de etídio - colete em sacos plásticos duplos. O descarte deve ser feito segundo normas específicas de órgãos oficiais ou da própria instituição.

3. Líquidos que sejam fontes de ignição e solventes orgânicos

Mantenha separados solventes halogenados de solvente não-halogenados, se possível. Separe os solventes orgânicos de soluções aquosas quando possível.

Mantenha os solventes acidificados separados de outros solventes e resíduos ácidos.

4. Ácidos, bases e soluções aquosas

Não misture ácido inorgânico forte ou oxidante com compostos orgânicos.

Mantenha ácidos, bases e soluções aquosas contendo metais pesados separados de outros resíduos.

Evite misturar ácidos e bases concentradas num mesmo recipiente.

5. Soluções contendo mercúrio

Mantenha estes resíduos separados de todos os outros.

6. Materiais corrosivos

Os resíduos listados a seguir não devem ser misturados a quaisquer outros em nenhuma circunstância. Estes líquidos devem ter recipientes especiais para seu descarte.

- ácido nítrico em concentrações superiores a 40%;
- ácido perclórico;
- peróxido de hidrogênio em concentração superior a 52% em peso;
- ácido nitroclorídrico;

7. Resíduos tóxicos

Verifique as tabelas e siga procedimentos específicos de descarte

8. Resíduos muito tóxicos

40 Essência Técnica do Laboratório

Procedimentos especiais definidos por órgãos oficiais ou no Plano de Higiene e Segurança da instituição

9. Resíduos de amianto

Devem ser fixados em aglomerantes naturais ou artificiais como cimento, plástico, asfalto ou resinas. Seguir procedimentos definidos pela instituição.

4. Recolhimento e Desativação de Resíduos de Laboratório

A finalidade destas indicações é transformar produtos químicos ativados em derivados inócuos para permitir o recolhimento e eliminação segura.

Ao se manejar produtos químicos de laboratório e principalmente ao se desativar produtos químicos deve-se ter a máxima precaução, visto que são muitas vezes reações perigosas. Todos os trabalhos devem ser executados por pessoal habilitado com o uso de roupas e material de proteção adequada a cada finalidade. Insiste-se para que a inativação seja feita em escala reduzida, podendo-se fazer adaptações.

A seguir são indicados métodos de eliminação e desativação de produtos de laboratório.

4.1 Como devem ser separados

1. Todo o resíduo deve ser identificado e rotulado, conforme tabela nº1 da NBR 1.183;
2. Deve-se sempre evitar a mistura de resíduo, e quando esta for necessária deve ser observada a compatibilidade química;

Resíduos compatíveis não geram gases, calor excessivo, explosões nem reações indeterminadas

3. Não misture resíduo líquido ou pastoso de natureza orgânica e aquosa. Nunca ultrapasse 80% do volume do frasco coletor para armazenar estes resíduos. Utilize bombonas de 20 a 25 litros no máximo;

O frasco coletor deve ser de polietileno ou outro material compatível (com tampa batoque) ou de material aprovado para a destinação.

4. Uma boa parte dos resíduos gerados em laboratório pode ser reutilizado ou reciclados.
5. Antes de encaminhar os resíduos para reciclagem ou eliminação, neutralize-os.
6. Os resíduos sólidos devem ser acondicionados em baldes plásticos com tampa (20 a 30 litros).

4.2 Regras gerais

- Grandes volumes - colete os resíduos sólidos, luvas contaminadas, vidros, papéis, etc em caixas de papelão com dois sacos de plástico.
- Os líquidos devem conter a descrição da natureza de solutos e solventes e concentrações.
- Também descrever a quantidade de água presente. Procure ser o mais exato possível nas descrições.

4.2.1 Para se eliminar resíduos de laboratório é freqüentemente necessário inativá-los conforme um dos métodos a seguir.

1.Solventes orgânicos isentos de halogênios - Recipiente Coletor A.

2.Solventes orgânicos contendo halogênios - Recipiente Coletor B.

3.Reagentes orgânicos relativamente inertes, do ponto de vista químico, recolhidos no recipiente coletor A. Se contiverem halogênios, no Coletor B. Resíduos sólidos no Coletor C.

4.Soluções aquosas de ácidos orgânicos são neutralizadas cuidadosamente com bicarbonato de sódio ou hidróxido de sódio - Recipiente Coletor D. Os ácidos carboxílicos aromáticos são precipitados com ácido clorídrico diluído e filtrados. O precipitado é recolhido no Coletor C e a solução aquosa no Coletor D.

5.Bases orgânicas e aminas na forma dissociada - Recipiente Coletor A ou B.

Recomenda-se freqüentemente, para se evitar maiores odores, a cuidadosa neutralização com ácido clorídrico ou sulfúrico diluído.

6.Nitrilos e mercaptanas são oxidados por agitação por várias horas (preferivelmente à noite) com solução de hipoclorito de sódio. Um possível excesso de oxidante pode ser eliminado com tiosulfato de sódio. A fase orgânica é recolhida no recipiente A ou B e a fase aquosa no recipiente D.

7.Aldeídos hidrossolúveis são transformados com uma solução concentrada de hidrogenossulfito de sódio a derivados de bissulfitos. Recipiente Coletor A ou B.

42 Essência Técnica do Laboratório

8. Compostos organometálicos, geralmente dispersos em solventes orgânicos, sensíveis a hidrólise, são gotejados cuidadosamente sob agitação em n-butanol na capela. Agita-se durante a noite e se adiciona de imediato um excesso de água. A fase orgânica é recolhida no Coletor A e a fase aquosa no recipiente D.

9. Produtos cancerígenos e compostos combustíveis, classificados como tóxicos ou muito tóxicos - Recipiente Coletor F.

10. Peróxidos orgânicos são destruídos e as fases orgânicas colocadas no recipiente A ou B e aquosa no recipiente D.

11. Halogenetos de ácido são transformados em ésteres metílicos usando-se excesso de metanol. Para acelerar a reação pode-se adicionar algumas gotas de ácido clorídrico. Neutraliza-se com solução de hidróxido de potássio. Recipiente Coletor B.

12. Ácidos inorgânicos são diluídos em processo normal ou em alguns casos sob agitação em capela adicionando-se água. A seguir neutraliza-se com solução de hidróxido de sódio. Recipiente Coletor D.

13. Bases inorgânicas são diluídas como ácidos e neutralizadas com ácido sulfúrico. Recipiente Coletor D.

14. Sais inorgânicos - Recipiente Coletor I. Soluções - Recipiente Coletor D.

15. Soluções e sólidos que contêm metais pesados - Recipiente Coletor E.

16. No caso de sais de tálio, altamente tóxicos e suas soluções aquosas é necessário precaução especial - Recipiente Coletor E. As soluções são precipitadas com hidróxido de sódio (formam-se óxidos de tálio) com condições de neutralização.

17. Compostos inorgânicos de selênio - Recipiente Coletor E. O selênio elementar pode ser recuperado oxidando-se os concentrados em capela com ácido nítrico concentrado. Após a adição de hidrogenossulfito de sódio, o selênio elementar é precipitado. Recipiente Coletor E.

18. No caso de berílio e sais de berílio (altamente cancerígenos) recomenda-se precauções especiais. Recipiente Coletor E.

19. Compostos de urânio e tório devem ser eliminados conforme legislação especial.

20. Resíduos inorgânicos de mercúrio - Recipiente Coletor G.

21. Cianetos são oxidados com hipoclorito de sódio, preferencialmente à noite. O excesso de oxidante é destruído com tiosulfato. Recipiente Coletor D.

22. Peróxidos inorgânicos são oxidados com bromo ou iodo e tratados com tiosulfato de sódio. Recipiente Coletor D.

23. Ácido fluorídrico e soluções de fluoretos inorgânicos são tratados com carbonato de cálcio e filtra-se o precipitado. Sólido - Recipiente Coletor I e solução aquosa - Recipiente Coletor D.

24. Resíduos de halogênios inorgânicos, líquidos e sensíveis à hidrólise são agitados na capela em solução de ferro e deixados em repouso, durante à noite. Neutraliza-se com solução de hidróxido de sódio. Recipiente Coletor E.

25. Fósforo e seus compostos são muito inflamáveis. A desativação deve ser feita em atmosfera de gás protetor em capela. Adiciona-se 100 ml de solução de Hipoclorito de Sódio 5% contendo 5 ml de hidróxido de sódio 50%, gota a gota. Em banho de gelo, à substância que se quer desativar. Os produtos de oxidação são precipitados e separados por sucção. Precipitado - Recipiente Coletor I e solução aquosa - Recipiente Coletor D.

26. Metais alcalinos e amidas de metais alcalinos, bem como os hidretos, decompõem-se explosivamente com a água. Por isso estes compostos são colocados com a máxima precaução em 2-propanol, em capela com tela protetora e óculos de segurança. Se a reação ocorrer muito lentamente pode-se acelerar com adição cuidadosa de metanol. Em caso de aquecimento da solução alcóolica deve-se interromper o processo de destruição da amostra. Obs. Nunca esfriar com gelo, água ou gelo seco. Recomenda-se deixar em repouso durante a noite, diluindo-se no dia seguinte com um pouco de água e neutralizando-se com ácido sulfúrico. Recipiente Coletor A.

27. Os resíduos que contenham metais preciosos devem ser recolhidos no recipiente Coletor H para reciclagem. Solução aquosa - Recipiente Coletor D.

28. Alquilas de alumínio são extremamente sensíveis à hidrólise. Para o manejo seguro destes recomenda-se o uso de seringa especial. Deve-se colocar se possível no frasco original ou no Recipiente Coletor F.

29. Os produtos para limpeza quando contenham substâncias contaminantes são colocados no recipiente D.

Fonte: adaptado de SIGMA-ALDRICH

4.2.3 Classificação dos Produtos a serem descartados com a indicação de procedimento

GRUPO 1

Ácidos e Bases e fortes, neutralização com bicarbonato de sódio.

GRUPO 2

Oxidantes, neutralização com bissulfito de sódio e bicarbonato de sódio.

GRUPO 3

Redutores, neutralização com peróxido de hidrogênio.

GRUPO 4

Material que deve ser recolhido em container especial para reciclagem. Estes são considerados Metais pesados, não misturar com outros resíduos.

Resíduos de Mercúrio;

Resíduos de Molibdênio e Arseniato;

Resíduo de Chumbo;

Resíduo de Tungstênio;

Resíduo de Cádmiio.

GRUPO 5

Metais ou ligas, que devem ser guardados em bombonas de resíduo sólido seco.

GRUPO 6

Materiais hidrolisáveis, neutralização com H₂O e depois com NaHCO₃

GRUPO 7

Agrotóxicos: organoclorados e organofosforados.

MATERIAL BIOLÓGICO

Devem ser previamente esterilizados em autoclave para então serem descartados. Por exemplo: sangue e urina.

Para proteção de danos durante o transporte, é necessário utilizar material de amortecimento (ex. vermiculita). Os líquidos derramados podem ser absorvidos facilmente com Chemizorb granulado, em pó ou equivalente. Na falta deste pode-se usar uma mistura de areia com resíduos de cerâmica porosa e bicarbonato de cálcio.

Os recipientes coletores devem ser caracterizados claramente de acordo com o seu conteúdo, o que também implica em se colocar símbolos de periculosidade.

Deve-se lembrar que aqui são descritas regras gerais, que devem ser utilizadas como apoio, mas recomenda-se que, antes da produção de qualquer resíduo, se faça planejamento específico.

Apesar do perigo que oferecem, em muitos casos os resíduos ainda são destinados indevidamente atingindo a rede de esgotos e, posteriormente, os rios, contaminando reservatórios de água. Esta questão se agrava a cada dia e, somente com empenho,

dedicação, responsabilidade e sensibilidade individual e de todo grupo envolvido, será possível melhorar uma situação que se arrasta há anos, tanto em universidades quanto em institutos de pesquisa, causando males que passam despercebidos pela maioria das pessoas envolvidas e que poderão se manifestar com o passar do tempo. Há uma série de efeitos dos produtos na saúde humana como, por exemplo: câncer, hepatite, discrasias sangüíneas. Além disso, produtos químicos causam impacto ambiental, contaminando os cursos d'água, e afetam a fauna e flora. O descarte irresponsável destes produtos fere as leis ambientais vigentes

V. PRINCÍPIOS TEÓRICOS BÁSICOS

1. ÁCIDOS E BASES

Ácido: é uma substância que sofre uma divisão ou dissociação na solução para produzir íons de hidrogênio (protons, H^+) como os íons positivos.

Exemplo: $HCl \downarrow \leftrightarrow H^+ + Cl^-$

Alguns ácidos têm mais de um íon de hidrogênio que pode ser dissociado (ex. ácido sulfúrico, H_2SO_4) e são chamados ácidos polipróticos.

Um ácido no qual a dissociação dos prótons da molécula do ácido está praticamente completa é denominado um ácido forte. Ácidos que sofrem dissociação apenas parcial são chamados ácidos fracos. Não existe exatamente uma linha divisória entre ácidos fortes e fracos.

Alguns exemplos de ácidos fortes usados no laboratório de solo/planta são: ácido clorídrico, ácido nítrico, ácido perclórico. Alguns exemplos de ácidos fracos em uso normal são: ácido acético, bórico e fosfórico. **AVISO!** Não confunda o termo “ácido fraco” com a natureza corrosiva do ácido: ácido acético concentrado, dentre outros, são corrosivos e perigosos para manuseio, apesar de ser um ácido “fraco”.

Base: é uma substância a qual entra em dissociação na solução para produzir íon hidróxidos (OH^-), como os íon negativos.

Exemplo: $NaOH \downarrow \leftrightarrow Na^+ + OH^-$

Como os ácidos, bases como o hidróxido de sódio e potássio, são quase que completamente dissociados e denominados de **bases fortes**, enquanto que, o hidróxido

de amônio é fracamente dissociado, sendo, portanto uma **base fraca**. Novamente, algumas bases “fracas” como, por exemplo, hidróxido de amônio, é corrosivo e perigoso no manuseio, quando concentrado.

2.MOLARIDADE E PESOS DE FÓRMULAS.

A União Internacional de Química Pura e Aplicada (IUPAC, em inglês) define mol como: “ a quantidade de substância que contém tantas unidades elementares quantos átomos existentes em 0,012 kg de carbono – 12. A unidade elementar deve ser um átomo, uma molécula, um íon, um radical, um elétron ou outra partícula ou um grupo específico de tais partículas”.

Outras definições mais práticas que anteriormente definiam o mol tornaram-se obsoletas, mas do ponto de vista prático são de fato mais úteis.

PARA O TRABALHO NO LABORATÓRIO: Mol pode ser convenientemente definido como o peso em gramas de uma substância igual a seu peso atômico (para um elemento) ou seu peso fórmula (para um composto).

Na tabela periódica dos elementos, cada elemento é listado com seu peso atômico. Assim, um mol (também chamado como átomo-grama) de ferro (Fe) pesa 58,44 g, e um mol (também chamado de molécula-grama) do cloreto de sódio (NaCl) pesa 58,44 g, desde que o peso fórmula de NaCl é 58,44 g (Na = 22,99 + Cl = 35,45).

PARA OS REGENTES DO LABORATÓRIO: o peso da formula é listado no recipiente, e um mol daquela substância é simplesmente o peso da fórmula em gramas. (**Nota:** A definição do IUPAC para o mol tornou-se obsoleta para os termos átomo-grama e molécula-grama, mas eles continuam úteis no laboratório).

Concentrações com Base no Peso

% p/p (percentagem peso/peso) = peso (g) de um soluto por 100 g de solução

A concentração de vários ácidos comerciais é expressa em p/p. Para se calcular o volume de solução-estoque necessária para uma dada preparação, é necessário saber a densidade ou gravidade específica, conforme:

d = densidade = peso por unidade de volume

GE= gravidade específica = densidade com relação a água.

Já que densidade da água é 1 g/ml, a GE é numericamente igual a d.

ppm (partes por milhão): indica uma razão de concentração de soluções. É similar à porcentagem, porque é também uma fração. Todavia, o denominador é sempre 1 milhão. É usada para expressar pequenas quantidades de soluto. O termo partes pode se referir a qualquer unidade, mas g é a mais utilizada.

Molaridade: definida como o número de moles de SOLUTO por litro de solução (dm^3 é usado freqüentemente em lugar de litro). Assim uma solução 1 molar (1M) de NaCl contém 58,44 g de NaCl em um litro de solução. Para preparar uma solução 1M de uma dada substância, basta simplesmente dissolver um peso da fórmula em gramas da substância em um litro de água ou outro solvente.

VI BOAS PRÁTICAS EM LABORATÓRIOS.

A - Atribuições Individuais

- Limpe sua bancada individual de trabalho ao final do expediente, devolvendo os materiais utilizados aos locais apropriados;
- Limpe as áreas de trabalho coletivo que tiver utilizado (sala de moagem, capelas, espectrofotômetros, etc.);
- Recolha seu lixo, descartando-o nos recipientes adequados;
- Não armazene materiais dentro das capelas, pois elas tem que estar livres para o trabalho.
- Procure familiarizar-se com o procedimento, antes de conduzir uma análise.
- Planeje seu trabalho com antecedência, verificando a disponibilidade de equipamentos, reagentes, suprimentos e vidraria.
- Trabalhe com calma, pois evitará acidentes e erros experimentais.
- Calibre os instrumentos, pois gastará menos tempo do que se tiver que repetir o ensaio todo.

B - Livros de Anotações

1. Use um caderno de capa dura e páginas numeradas como seu livro de anotações pessoais.
2. Identifique o seu livro com seu nome, o laboratório onde você trabalha, data e o número do volume.
3. Faça as anotações a lápis. Use o lado direito da página para anotações normais e o esquerdo para rascunhos e cálculos.
4. Use as três primeiras folhas como sumário.
5. Registre todas as suas atividades com detalhes.

6. Identifique e cole prontamente, no livro de anotações, quaisquer folhas avulsas que sejam importantes.
7. Mantenha seu livro de anotações a uma distância segura de suas análises. Se você usar computador, armazene seus dados e informações estratégicas em disquete.

C- Preparo de Reagente

1. Tome a seguinte precaução, ao preparar um reagente: rotule o frasco imediatamente, colocando o nome do reagente, a concentração, a data, as iniciais de seu nome e a identificação do laboratório.
2. Mantenha os estoques de reagentes em estado virgem, na medida do possível. Evite inserir colheres, medidas, espátulas, bastões ou pipetas diretamente no estoque. Habitue-se a colocar uma quantidade suficiente do reagente em um recipiente adequado, para então fazer as manipulações.
3. Não confie em uma solução que você mesmo não tenha preparado exceto aquelas de uso coletivo. Nunca teste um reagente pelo odor ou sabor. Praticamente todos os compostos químicos, em maior ou menor grau, são venenosos.
4. Enfatize, no respectivo rótulo a vida útil de reagentes instáveis de curta validade.
5. Verifique se o reagente requer condições especiais de estocagem antes de fazer a preparação.
6. Devolva sempre o estoque do reagente ao seu local de origem.

D- Equipamentos

- Leia sempre o manual de instruções antes de operar um aparelho e verifique a voltagem antes de conectar a tomada.
- Comunique imediatamente ao responsável técnico do laboratório qualquer defeito na aparelhagem.
- Mantenha o eletrodo do medidor de pH imerso na solução de KCl saturado.
- Limpe os equipamentos utilizados ao término do trabalho.

E - Materiais de Outros Laboratórios

1. Sempre informe ao responsável do outro laboratório antes de usar as dependências ou retirar qualquer material. Sempre devolva limpos e em condições normais de uso os materiais que tomar emprestado.

F - Curva Padrão

1. Não use a mesma curva padrão dia após dia - é uma fonte de erro.
2. Pipete com a maior precisão possível, no preparo de soluções para a curva padrão. Uma única gota já é fonte de considerável erro.

VII - Principais Equipamentos de Proteção Individual

PROTEÇÃO PARA	TIPO DE EPI	QUANDO USAR	OBJETIVO
CABEÇA CRÂNIO	E CAPACETE DE SEGURANÇA	Em trabalhos onde há risco de queda de material e batida contra obstáculos	Previne impactos, perfurações.
OLHOS	ÓCULOS CONTRA IMPACTOS	Em trabalhos em que há perigo de impacto de estilhaços e cavacos que voam.	Evita a cegueira total ou parcial
	ÓCULOS PARA SOLDADORES	Em trabalhos com solda ou em operações em que haja respingos de metais fundidos, radiação ou luminosidade.	
	ÓCULOS CONTRA POEIRAS E NEBLINAS	Em trabalhos em que haja poeiras e neblinas.	Evita a cegueira total ou parcial e a conjuntivite
	ÓCULOS CONTRA GASES E VAPORES	Em trabalhos em que haja gases e vapores	
VIAS RESPIRATÓRIAS	RESPIRADOR	Em lugares com poeiras, gases, vapores ou fumo nocivos.	Previne os problemas pulmonares e das vias respiratórias de modo geral Proteger contra os impactos de partículas, respingos de produtos químicos, radiação infravermelha e ultravioleta e ofuscamento
	MÁSCARA DE SOLDA	Em operações de soldas	
	PROTETOR COM VISOR PLÁSTICO	No manuseio de produtos químicos	
FACE			
OUVIDOS	CONCHA PLUG DE INSERÇÃO	Em trabalhos em que o barulho é intenso	Previne a surdez total ou parcial cansaço, irritação e outros problemas psicológicos.
MÃOS BRAÇOS	E LUVAS	Em trabalhos com soldas elétricas, produtos químicos (líquidos ou sólidos) materiais cortantes ásperos, pesados e quentes.	Evita problemas de pele, choque elétrico, queimaduras, cortes e raspões.
	MANGAS	Em operações que podem causar danos nos braços	Evita problemas de pele, choque elétricos queimaduras e cortes.
PERNAS	PERNEIRAS LONGAS	Usadas em operações de soldagem quando o trabalho é realizado com produtos líquidos corrosivos e fundições	Protegem as pernas contra queimaduras, batidas, cortes e escoriações.
PÉS	BOTAS DE BORRACHA OU PVC	Usadas em trabalhos úmidos ou quando em contato com produtos químicos	Proporcionam eficiente isolamento elétrico e de substâncias nocivas a saúde.
TRONCO	JAQUETA AVENTAIS	Para trabalhos de soldas em partículas a altas temperaturas e em fornos. De couro: para trabalhos de soldagem elétrica, corte a quente. De PVC: para trabalhos pesados onde haja manuseio de peças úmidas ou riscos de respingos de produtos químicos.	Proteção de impactos, respingos de produtos químicos, choque elétrico, queimaduras e cortes.
OUTROS	CINTOS DE SEGURANÇA	Em trabalhos em lugares altos, em locais onde possa haver desprendimento de terra.	Previne quedas por desequilíbrio

VIII BIBLIOGRAFIA CONSULTADA

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 12807 – Resíduos de Serviços de saúde. São Paulo, 1993.

BRASIL. Conselho Nacional do Meio Ambiente. Resolução n. 5 de 5 de agosto de 1993. Diário Oficial da União, Brasília, n. 166, 31/08/1999.

BUCCAN NIVALDO. et al.. QUÍMICA ANALÍTICA QUANTITATIVA ELEMENTAR. CAMPINAS: UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS, 1979.

CUNHA, ALEXANDRE A.V. DA. et al.. MANUAL DE PRÁTICAS DE QUÍMICA ANALÍTICA. PELOTAS, ED. DA UNIVERSIDADE, 1984. 223p.

FERREIRA, J. R.. GERENCIAMENTO DE LABORATÓRIOS DE ANÁLISES QUÍMICAS. VIÇOSA: FUNDAÇÃO ARTHUR BERNARDES, 1995. 378P. il.

GRIST, N.R. Manual de biossegurança para o laboratório. 2. ed. São Paulo: Liv.Santos, 1995.

MACHADO, P. A. L. DIREITO AMBIENTAL BRASILEIRO. 3.ed. São Paulo: Helvética Editorial, 1991.

MILARÉ, E.; BENJAMIN, A. H. V. ESTUDO PRÉVIO DE IMPACTO AMBIENTAL.

PASSOS. L.P. Métodos analíticos e laboratoriais em fisiologia vegetal. Coronel Pacheco: EMBRAPA, 1996. 223p.

SMITHSON, P. C. PRINCÍPIOS E PRÁTICAS PARA OPERACIONALIZAR O LABORATÓRIO DE ANÁLISES DE SOLO E PLANTA, 1991.

JEFFERY, G.H.; BASSETT, J.; MENDHAM, J.; DENNEY, R.C. Vogel: análise química quantitativa. 5.ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 1992. 712p

Embrapa

Roraima

MINISTÉRIO DA
AGRICULTURA, PECUÁRIA E
ABASTECIMENTO

