

As reações de alquilação da 8-hidroxiquinolina, nas quais não foi utilizado nitrobenzeno como solvente, ocorreu a pulverização da resina. Não se conseguiu explicar a razão desse fenômeno da pulverização da resina. Os produtos das reações de alquilação foram analisados por cromatografia gasosa.

5. CONCLUSÃO

De acordo com os dados obtidos pela cromatografia gasosa, não se pode chegar a nenhuma conclusão final a respeito da realização da alquilação da 8-hidroxiquinolina. Acredita-se que o fato de não ocorrer a alquilação pode estar ligado à ocorrência de uma reação de neutralização. Análises químicas adicionais da resina poderiam esclarecer melhor o fenômeno.

AGRADECIMENTOS

À professora Elisabeth Zodith, do Instituto de Química da UFRJ, pelo auxílio a alguns experimentos realizados na Universidade e às análises por cromatografia gasosa.

BIBLIOGRAFIA

1. ADAMS, B.A., HOLMES, E.L. *J.Soc. Chem. Ind.*, v. 54, n. 1, 1935. British Patents 450308-9 (1936).
2. BERG, E.W., *Physical and Chemical Methods of Separation*, New York: McGraw-Hill, 1963. (Chapter 10, 11).
3. KUNIN, R. In: SEMINÁRIO BRASILEIRO DE CATALISE, 3. Salvador: Inst. Brasileiro do Petróleo, p. 438-449, 1985.
4. WEATON, R.M., SEAMSTER, A.H. In *KIRK-OTHMER Encyclopedia of Chemical Technology*, New York. Interscience Publishers, 1986. v. 11, p. 81-97.

PAINEL 7

Banco de Dados de Métodos em Química Analítica

Marcos Roberto Teixeira Halasz
Bolsista de Inic. Científica, Eng. Química, UFF

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

Nilza Maria M. de Oliveira
Co-orientadora, Química

1. INTRODUÇÃO

Em virtude da necessidade de aprimorar os métodos de análise, inserir maior precisão aos resultados e facilitar os trabalhos técnicos, são realizados os trabalhos de revisão crítica da metodologia analítica de laboratório (6)

Este trabalho permite a catalogação de métodos, bem como revisões e alterações, podendo serem feitas diretamente pelos técnicos, mediante a aprovação dos químicos responsáveis.

As revisões abrangem a parte ortográfica, verificação experimental no laboratório e a adequação às normas da ABNT, ASTM e ISO.

2. OBJETIVOS

Esse projeto visa atualizar, implantar, modificar ou mesmo substituir os procedimentos e técnicas já existentes no CETEM, com o propósito de facilitar e manter o bom nível dos trabalhos desenvolvidos no laboratório.

3. METODOLOGIA E RESULTADOS

O primeiro passo é a catalogação dos Métodos de Análises Químicas, existentes no CETEM. Nessa etapa do processo, procura-se corrigir os erros ortográficos e detalhar a metodologia (descrevendo por exemplo, o objetivo, o resumo e os métodos de preparo de soluções reagentes (5,7) de modo a facilitar e agilizar o trabalho dos técnicos na bancada). Esse procedimento é realizado através de pesquisas bibliográficas e ensaios laboratoriais que visam verificar a precisão e a acuracidade dos resultados obtidos através de diversos métodos analíticos. Essa etapa é seguida de uma revisão junto as normas da ABNT, ASTM e ISO, visando a adequação das mesmas.

Posteriormente são realizados ensaios laboratoriais em nível de bancada, com a finalidade de obter resultados para posterior avaliação estatística (3) determinando-se assim a reprodutibilidade, a repetibilidade e a faixa de aplicação de método, para cada material e cada elemento correspondente.

Em seguida, realizou-se um ensaio de determinação de umidade em carvão mineral, que foi realizado de acordo com metodologia (1,2).

O trabalho baseia-se na secagem à 110°C de 1,0000 +/- 0,0001g de um material de referência certificado (MR2) e uma posterior pesagem do carvão isento de umidade. Isso porque a umidade do carvão pode ser determinada pela perda de massa da amostra.

Finalmente, realizou-se uma bateria de 30 análises em 5 ocasiões distintas a fim de determinar a precisão do método (calculadas de acordo com o projeto "Confiabilidade metrológica nos métodos analíticos"), e a sua faixa de aplicação.

4. RESULTADOS

Os resultados obtidos foram catalogados junto ao banco de dados "DataLab", gerenciado pelo programa Fox Pro for Windows (4) em um micro computador 486 DX33(figura 1).

The screenshot shows a window titled "CONSULTA DOS DADOS GERÁIS DO MÉTODO". At the top, there is a menu bar with "Manutenção", "Consulta", "Relatório", and "Fim". Below the menu bar, the window contains the following fields and buttons:

- Número: 001/H2O
- Data da última revisão: 21/02/95
- feito por: Marcos
- Tipo de Ensaio: Gravimetria
- Tipo de Abertura: [Botão Descrição do Método]
- Determinação: Umidade, H2O
- Material: Carvão Mineral
- Faixa de aplicação: 0,05 a 99,95
- Unidade de medida: %
- Buttons: Anterior, Próximo, Imprime, Cancela

Figura 1 - Folha principal do DataLab, onde se inicia a consulta.

(tela de consulta)

4.1 Como Utilizar o Banco de Dados "DataLab"

Quando se deseja incluir, alterar ou excluir algum método, deve-se entrar na área de manutenção "acessando" (se já catalogado) o código de cada método (inclusão ou alteração do método), (Figura 2).

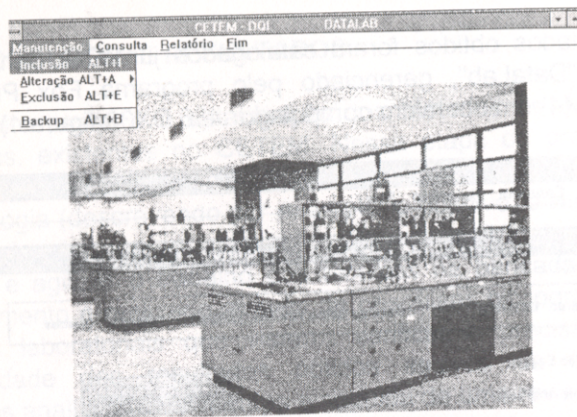


Figura 2 - Tela de alterações, inclusão ou exclusão os métodos

Quando se deseja apenas consultar na tela ou ainda imprimir o método, devemos entrar na área de consulta. Para identificar o método desejado no banco de dados, deve-se definir ou o elemento desejado, ou o material, ou ainda a sua faixa de aplicação. Pode-se também entrar com as três operações, onde será obtido o método específico, para o caso em estudo, com as três variáveis bem definidas (Figura 3).

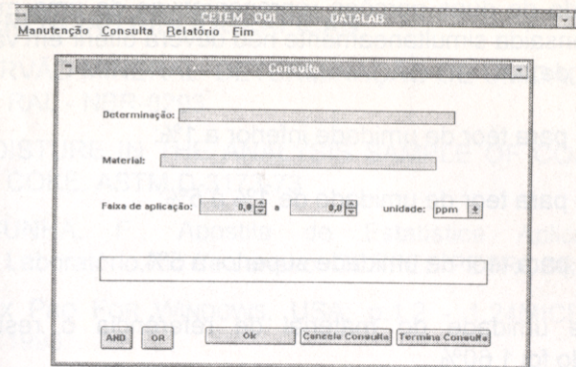


Figura 3 - Área de busca de métodos no DataLab

Quando se quer uma impressão ou visualização na tela de métodos, isso pode ser feito através da tela de impressão do método analítico (figura 4).

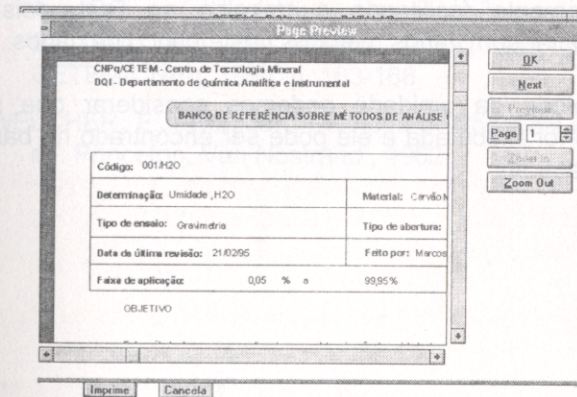


Figura 4 - Tela de impressão / visualização do método analítico

Para o ensaio da determinação da umidade no carvão são considerados os fatores: a repetibilidade ($r = 1,53 \pm 0,27$) e a faixa de aplicação = 0,05 % à 15%.

O resultado de duas porções representativas de uma mesma amostra ensaiada simultaneamente não deverá diferir em valores absolutos de:

- (a) 0,1 para teor de umidade inferior à 1%;
- (b) 0,2 para teor de umidade de 1% à 5%;
- (c) 0,3 para teor de umidade superior à 5%.

Quanto a umidade do material de referência o resultado encontrado foi 1,60%.

5. CONSIDERAÇÕES GERAIS

O projeto de "Metodologia de Ensaio Laboratoriais Em Análises Químicas" do qual o projeto aqui descrito faz parte, está no momento, em fase de catalogações (revisão e inclusões de métodos). Ele está auxiliando e consequentemente facilitando o trabalho no DQI, pois já podemos contar com vários métodos neste banco de dados.

Para o método da umidade podemos considerar que sua implantação foi executada e ele pode ser encontrado no banco de dados DataLab.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. CARVÃO MINERAL: DETERMINAÇÃO DE UMIDADE MINERAL - NBR-8293
2. MOISTURE IN THE ANALYSIS SAMPLE OF COAL AND COKE. ASTM D-3173-73
3. CUNHA, F., Apostila de Estatística Aplicada em Laboratório, Rio de Janeiro: CENPES/PETROBRÁS.
4. FOX PRO FOR WINDOWS, USA: p.1.2 - 1.24 MICROSOFT, 1993.
5. MORITA, T., ASSUMPÇÃO, R. M. V. Manual de soluções, reagentes e solventes (padronização, preparo, purificação).
2. ed. São Paulo: ed. Edgard Blucher 1972 . p. 1 - 174, 380 - 394.
6. PIRES, A. S., MELLO, J.A.P. Revisão Crítica da Metodologia Analítica de Laboratório. in: JORNADA INTERNA DO CETEM, 2, 1994. Rio de Janeiro. Anais. Rio de Janeiro: CETEM/CNPq, 1994. p. 163-168.
7. WELCHER, F.J. Standard Methods of Chemical Analysis. 6. ed. Princeton: Van Nostrand , 1962.