

1 Introdução

1.1. Considerações iniciais

Nos tempos de hoje, é fundamental que os laboratórios disponham de meios e critérios objetivos para demonstrar que as medições analíticas realizadas conduzem a resultados confiáveis e adequados à qualidade pretendida [1].

A Norma ABNT NBR ISO/IEC 17025 [2] dá importância especial à demonstração da rastreabilidade das medições realizadas pelos laboratórios. Os materiais de referência certificados (MRC) desempenham um papel fundamental em todas as áreas onde os resultados analíticos são necessários. As principais aplicações dos MRC incluem a calibração de instrumentos, a validação de métodos, o controle e garantia de qualidade, além de comparações de analistas, equipamentos, entre outros [3].

Um fator determinante para a confiabilidade dessas medições é que elas sejam rastreáveis a uma solução padrão de alta confiabilidade metrológica, tais como um MRC. As medições de condutividade eletrolítica são amplamente realizadas em diversas áreas da indústria, principalmente como meio de monitorar a qualidade da água, pois a água é utilizada como matéria-prima nas indústrias farmacêuticas e alimentícias. São ainda exemplos de utilização da medição de condutividade em meio aquoso, o uso de água de elevada pureza em laboratórios de análises clínicas, o controle da condutividade em vapores industriais para evitar a corrosão, bem como o monitoramento de efluentes aquosos em laboratórios para o controle do meio ambiente e em medições de álcool combustível [4].

Nesta dissertação, está apresentada a descrição do desenvolvimento e certificação de um material de referência (MR) de baixa condutividade eletrolítica pela ampla aplicação já mencionada e ainda pela carência deste MRC no País e na América do Sul.

1.2.

Objetivo geral

O objetivo desta dissertação é desenvolver e certificar o material de referência primário de condutividade eletrolítica de valor nominal de $5 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ a $25 \text{ }^\circ\text{C}$, produzida a partir do sal KCl em 30% (massa/massa) de 1-propanol, abrangendo os estudos de homogeneidade, caracterização e estabilidade (de curta e longa duração), com a finalidade de prover rastreabilidade e confiabilidade aos resultados das medições desta grandeza.

1.3.

Objetivos específicos

- Planejar a quantidade e concentração da solução, o material e os reagentes a serem utilizados, entre outros.
- Preparar e envasar a solução de condutividade eletrolítica com valor nominal de $5 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ candidata à MRC.
- Planejar a amostragem para os estudos necessários de certificação da solução candidata à MRC.
- Estudar a homogeneidade da solução candidata à MRC: medições e análise estatística dos resultados que garantam a uniformidade das propriedades físico-químicas do lote produzido.
- Estudar a estabilidade (curta e longa duração) da solução candidata à MRC: medições e análise estatística dos resultados que garantam a conservação das propriedades físico-químicas do lote produzido por um período determinado em temperaturas especificadas.
- Caracterizar a solução candidata à MRC através do Sistema Primário de Condutividade Eletrolítica, a fim de garantir sua rastreabilidade e confiabilidade.
- Realizar os cálculos da estimativa da incerteza da solução candidata à MRC.
- Participar, em comparações internacionais no âmbito do CCQM, para evidenciar a comparabilidade dos resultados.
- Comprovar a confiabilidade da caracterização, comparando o MRC desenvolvido com outro no mesmo valor, já existente no mercado.
- Identificar o MRC, através de rótulo e por fim, elaborar certificado.

1.4. Definição do problema de pesquisa

A questão principal da dissertação:

É possível dispor de materiais de referência certificados capazes de garantir a rastreabilidade nos resultados das medições de condutividade eletrolítica no País e na América do Sul?

1.5. Motivação

O desenvolvimento deste trabalho tem como principal motivação, a carência de material de referência certificado para medição de baixa condutividade eletrolítica primário para garantir a rastreabilidade nos resultados das medições no País e na América do Sul.

1.6. Metodologia

A Figura 1 apresenta a sequência da pesquisa em suas três grandes etapas: 1. pesquisa exploratória; 2. pesquisa experimental e 3. otimização. O desenho da pesquisa mostra as principais fases e as sequências lógicas que deverão ser seguidas durante os trabalhos de investigação, os métodos utilizados, as unidades de análise e os critérios de interpretação.

Na primeira etapa, pesquisou-se sobre os métodos primários na Metrologia em Química, os quais garantirão a rastreabilidade dos MRC. Estudou-se sobre a certificação de materiais de referência, de acordo com os ISO Guias 30 a 35 e artigos relacionados ao tema. E por último, explorou-se a importância e as aplicações das medições de condutividade eletrolítica.

Na segunda etapa, os principais métodos da pesquisa experimental foram o preparo do MR, os estudos de homogeneidade e de estabilidade (curta e longa duração) e por fim, a caracterização. Na caracterização foi utilizado o Sistema Primário de Condutividade Eletrolítica, a fim de garantir a rastreabilidade do MRC. Após todas as etapas, foi feita a análise estatística e a interpretação dos dados.

Por último, a fase de otimização (validação do método de caracterização) foi feita em duas fases, a comparação interlaboratorial do resultado do Sistema Primário de Condutividade Eletrolítica com outros Institutos de Metrologia e a

comparação do resultado do valor de condutividade do MRC desenvolvido neste trabalho com outro já existente no mercado.

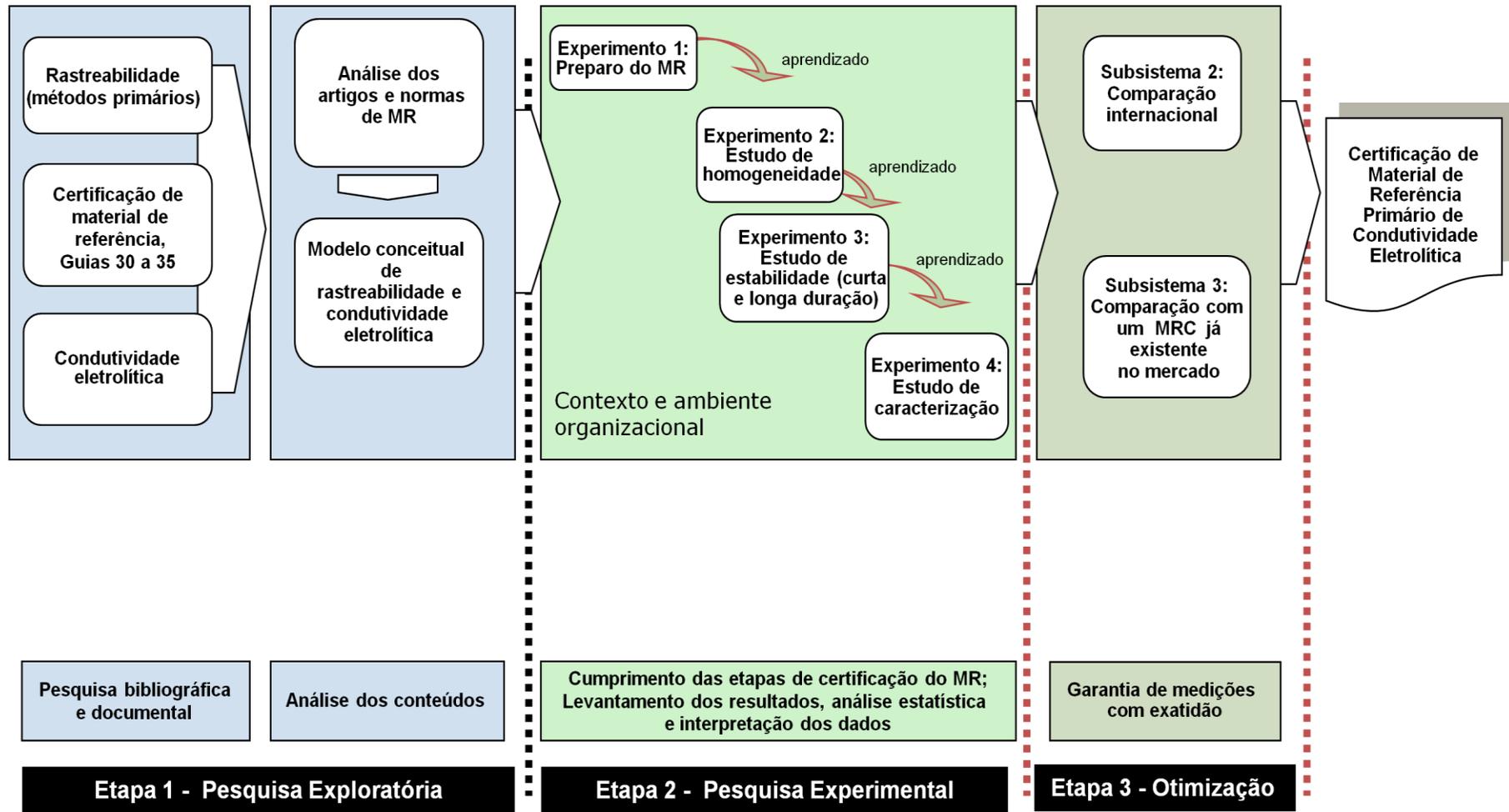


Figura 1 - Esquema da pesquisa, seus componentes e métodos.

1.7. Estrutura do trabalho

A dissertação está dividida em 7 capítulos, incluindo a introdução, os quais foram estruturados sob um enfoque lógico que possa conduzir o leitor a entender as principais etapas de certificação do material de referência, de caracterização desse material para garantia da rastreabilidade do MRC desenvolvido e a importância das medições de condutividade eletrolítica.

O capítulo 2 traz a fundamentação teórica onde se destacam: a história da Metrologia no mundo e no País, a importância e o surgimento da Metrologia Química, o difícil papel de garantir a rastreabilidade nos resultados das análises químicas e por fim, o desenvolvimento e certificação do MR.

O capítulo 3 apresenta a metodologia proposta mostrando a definição da medição de condutividade eletrolítica, os métodos e a rastreabilidade das medições de condutividade, dando destaque ao Sistema Primário de Condutividade Eletrolítica, e por último, as análises estatísticas dos dados.

O capítulo 4 trata da parte experimental destacando o planejamento e desenvolvimento do MRC, incluindo a preparação da amostra, a amostragem, e as medições da homogeneidade, estabilidade (curta e longa duração) e caracterização.

No capítulo 5 são apresentados os resultados dos estudos da certificação com seus respectivos valores de incerteza de medição, associados à discussão dos resultados encontrados e as análises estatísticas dos dados das medições e atingindo assim os objetivos gerais e específicos propostos.

Por fim o capítulo 6 trata das conclusões da dissertação, apresentando de forma sintética os resultados e as recomendações sugeridas, a fim de que a certificação do material de referência possa ter uma aplicabilidade imediata garantindo assim a rastreabilidade nas medições de condutividade eletrolítica. Espera-se que as recomendações sirvam para futuros estudos e desenvolvimentos de outros MRC.