

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE MATO GROSSO DO SUL
CURSO DE QUÍMICA INDUSTRIAL
UNIDADE UNIVERSITÁRIA DE DOURADOS
RELATÓRIO FINAL DE ESTÁGIO

HÉRISSON JOAQUIM DE OLIVEIRA

ESTÁGIO NO LABORATÓRIO DE QUÍMICA AMBIENTAL
DO CENTRO INTEGRADO DE ANÁLISE E
MONITORAMENTO AMBIENTAL – CInAM

DOURADOS

2012

HÉRISSON JOAQUIM DE OLIVEIRA

**ESTÁGIO NO LABORATÓRIO DE QUÍMICA AMBIENTAL
DO CENTRO INTEGRADO DE ANÁLISE E
MONITORAMENTO AMBIENTAL – CInAM**

*Relatório Técnico Científico de Estágio Curricular
Supervisionado Obrigatório II apresentado ao Curso de
Química Industrial da Universidade Estadual de Mato
Grosso do Sul sob Supervisão Acadêmica do Professor Dr.
Antonio Rogério Fiorucci e orientação da Profª. Drª.
Marcelina Ovelar Solaliendres.*

DOURADOS

2012

BANCA EXAMINADORA

Gilberto José de Arruda

Jandira Aparecida Simoneti

Leila Cristina Konradt Moraes

Marcelina Ovelar Solaliendres

DEDICATÓRIA

À Venine e Maria José.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por tudo;

Ao Professor Rogério e ao CInAM pela oportunidade de estágio, apoio e compreensão;

À professora Marcelina que aceitou me orientar e me aguentou por esses meses;

À COES;

Aos amigos que tornaram todas as dificuldades irrelevantes, os quais não vou tentar citá-los, pois poderia esquecer injustamente de algum;

À minha mãe que sempre foi “Pai e Mãe”;

À minha atual namorada, futura esposa, Venine, principalmente por aguentar minha ausência nesse período tão corrido.

SUMÁRIO

Banca Examinadora.....	III
Dedicatória.....	IV
Agradecimentos.....	V
Sumário.....	VI
Lista de Figuras.....	VII
Resumo.....	IX
1 Introdução.....	1
2 Objetivos.....	4
3 Considerações Gerais.....	5
4 Caracterização da Empresa	6
5 Descrição das Atividades Desenvolvidas no Estágio.....	8
6 Contribuições do Estágio para Formação profissional.....	30
7 Considerações Finais.....	31
8 Referencias.....	32
9 Anexos.....	33

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Planta do CInAM.....	7
Figura 2 - Sistema de purificação de água da Quimis modelo 1.800.....	8
Figura 3 - Bancada e pia de para lavagem de vidrarias.....	9
Figura 4 - Balanças: Gehaka BG2000 (1), Sartorius BL2105 (2).....	10
Figura 5 - Condutivímetro da Digimed DM - 31.....	11
Figura 6 - pHmetro da Micronal B474.....	12
Figura 7 - Potenciostato/Galvanostato da Autolab PGSTAT 30.....	13
Figura 8 - (1)potenciostato, (2) caixa de Faraday, (3) cela eletrolítica e (4) computador interfaciado com Autolab 4.9.....	13
Figura 9 - (A)eletrodo de referencia de Ag/AgCl, (B) eletrodo de trabalho, (C) contra eletrodo de platina e (D) cela eletrolítica.....	14
Figura 10 - Exemplo de voltamograma cíclico.....	14
Figura 11 - Homogeneização por maceração da pasta de Carbono 1.....	15
Figura 12 - Homogeneização por agitação mecânica da pasta de carbono 2.....	15
Figura 13 - Sistema para medidas de pH sob agitação para preparação de soluções tampão...16	
Figura 14 - Sistema de refluxo: (1) condensador, (2) banho – maria, (3) torneira que fornecia água, (4) balão racional de duas bocas e (5) aquecedor e agitador magnético da Cientec CT103.....	17
Figura 15 - Frascos para descarte de resíduos tóxicos. Ex: mercúrio, cádmio, chumbo, etc....18	
Figura 16 - Vista geral da sala de preparo de soluções: bancadas, armários e computadores (ago/2012).....	18
Figura 17 - Vista geral da sala de preparo de soluções: bancadas, armários e computadores (out/2012).....	18
Figura 18 - Chuveiro obstruído (ago/2012).....	19
Figura 19 - Acesso ao chuveiro desobstruído (out/2012).....	19
Figura 20 - Caixa de primeiros socorros em local de difícil acesso (ago/2012).....	19
Figura 21 - Caixa de primeiros socorros em local de livre acesso (out/2012).....	20
Figura 22 - Balança em local inadequado (ago/2012).....	20
Figura 23 - Balança em local mais adequado (out/2012).....	20

Figura 24 - Vista geral (ago/2012).....	21
Figura 25 - Vista geral (out/2012).....	21
Figura 26 - Pesticidas e herbicidas (sala do potenciostato).....	21
Figura 27 - Pesticidas e Herbicidas (sala da capela).....	21
Figura 28 - Fundo do almoxarifado de reagentes (ago/2012).....	22
Figura 29 - Fundo do almoxarifado de reagentes (out/2012).....	22
Figura 30 - Caixa sobre o armário da parede (ago/2012).....	22
Figura 31 - Isopores sobre armário (out/2012).....	22
Figura 32 - Armários de materiais (ago/2012).....	23
Figura 33 - Armários de materiais (out/2012).....	23
Figura 34 - Armários da parede (ago/2012).....	23
Figura 35 - Armários da parede (out/2012).....	23
Figura 36 - Reagentes líquidos impróprios para o local (ago/2012).....	24
Figura 37 - Geladeira da sala de instrumentação.....	24
Figura 38 - Materiais impedindo passagem (ago/2012).....	25
Figura 39 - Vista geral (out/2012).....	25
Figura 40 - Capela (ago/2012).....	25
Figura 41 - Capela (out/2012).....	25
Figura 42 - Armários para reagentes líquidos (ago/2012).....	26
Figura 43 - Armários para reagentes líquidos (out/2012).....	26
Figura 44 - Mesa em frente à capela (ago/2012).....	26
Figura 45 - Mesa em frente à capela (out/2012).....	27
Figura 46 - Porta obstruída (ago/2012).....	27
Figura 47 - Passagem desobstruída (out/2012).....	27
Figura 48 - Mapa de Risco do LQA (ago/2012).....	28
Figura 49 - Mapa de Risco do LQA (out/2012).....	29

RESUMO

O estágio realizado no Laboratório de Química Ambiental da Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul, durante o período de 01 de agosto a 05 de outubro de 2012 consistiu no acompanhamento e execução supervisionada de atividades rotineiras de um laboratório de pesquisa científica. Foram realizadas limpezas de vidrarias, frascos, e organização dos reagentes e equipamentos. Além disso, acompanhou-se alunos de TCC e IC no desenvolvimento dos seus respectivos projetos de pesquisa desde a revisão bibliográfica até o início dos procedimentos práticos e a organização desse laboratório, que incluiu remanejamento de equipamentos e objetos, limpeza, despojo de inutilidades, entre outras. Fez-se também a atualização do mapa de risco. Como um todo, o estagiário supriu nesse período a falta de um técnico de nível superior no laboratório pesquisa.

Palavras-chave: CInAM, Estágio, UEMS.

1 INTRODUÇÃO

1.1 Laboratório de Pesquisa

Antes de qualquer coisa um laboratório de pesquisa é um ambiente formado por pesquisadores que se dividem em dois grupos: os pesquisadores iniciantes e os experientes. Os iniciantes estão em um nível de maturação abaixo dos experientes, sem muito conhecimento técnico-teórico e precisam se esforçar para desenvolver uma habilidade investigativa que lhes possibilite executar praticas conscientes que sejam dignas de credibilidade. Os pesquisadores experientes já realizam atividades com uma maior habilidade investigativa apresentando resultados mais consistentes e de maior credibilidade devido ao seu maior conhecimento técnico-teórico e em virtude da sua pesquisa ser pautada com rigor metodológico (JÚNIOR *et. al.*, 2007).

Ciência pode ser definida como uma busca para levantar dados, transformar os dados em informação, transformar informação em conhecimento, de modo, que este possa se tornar uma teoria e de acordo com sua aplicação em diversos contextos receber status de lei, através do raciocínio lógico. Assim, pesquisa científica é a busca pelo conhecimento científico e sua organização. Daí a importância da distinção entre os dois tipos de pesquisadores. Esse conhecimento científico é a base para todo laboratório de pesquisa, é alicerce para se produzir qualquer tipo de pesquisa científica, por isso um laboratório de pesquisa pode seguir três vertentes principais:

- Pesquisa exploratória: trata-se de uma pesquisa onde não se conhece muito bem o objeto de estudo aplicando, por tanto, a investigação para recolher e organizar todo conhecimento científico;
- Pesquisa teórica: se baseia no conhecimento já organizado por uma pesquisa exploratória, e se volta para a relação lógica e avaliação da teoria possibilitando uma expansão dos horizontes conhecidos, criação de novas metodologias, validação ou não da teoria;
- Pesquisa aplicada: busca aplicar o desenvolvimento teórico utilizando metodologias já estabelecidas e bem aceitas (JÚNIOR *et. al.*, 2007).

O Laboratório de Química Ambiental (LQA) do Centro Integrado de Análise e Monitoramento Ambiental – CInAM se encaixa nos dois últimos tipos de pesquisa servindo-se do conhecimento disposto na literatura de Química Eletroanalítica para desenvolver metodologias novas.

“A pesquisa de laboratório é um procedimento mais difícil, porém mais exato”. Isso porque ela prevê e explica situações controladas e para isso necessita de um instrumental específico, preciso e ambientes próprios. Devem ser levados em consideração o objeto, o objetivo, o instrumental e as técnicas, sendo que tudo depende do que se propôs alcançar podendo variar de acordo com o estudo a ser feito (MARCONI *et. al.*, 2008).

1.2 Segurança no Laboratório

Segurança no trabalho é um conjunto de técnicas e recursos aplicados ao local de trabalho com o intuito de prevenir e corrigir ações e situações visando a integridade do homem. Um laboratório de química é ambiente potencialmente perigoso e propenso a acidentes graves muitas vezes fatais, devido à natureza dos materiais e equipamentos manipulados, além da grande escala de atividades praticadas. Ainda sim, a frequência de acidentes deste tipo é relativamente baixa, mas nem por isso deve-se ignorar o risco haja vista que um acidente pequeno em um laboratório de pesquisa ou em uma indústria pode se tornar uma catástrofe regional atingindo uma grande quantidade de vítimas. Para minimizar as chances de tal evento ocorrer é necessário estabelecer uma série de instruções e procedimentos de segurança que possam prevenir alguns acidentes (CIENFUEGOS, 2001).

Nesse quesito entra em ação o Mapa de Risco.

Os objetivos do mapa de risco são:

- Reunir informações para diagnosticar a situação de segurança e saúde do prédio (no caso um laboratório);
- Possibilitar a troca e divulgação de informações entre os que convivem no ambiente em questão, estimulando a participação de todos na prevenção de acidentes.

O mapa de risco traz de modo geral quais são as possíveis causas de acidentes que se encontram no local em que se adentra. Esses riscos são:

- ❖ Riscos físicos: ruídos, vibrações, radiações ionizantes e não ionizantes, frio, calor, pressão anormal, umidade;
- ❖ Riscos Químicos: poeiras, fumos, névoas, neblinas, gases, vapores, substâncias, compostos ou produtos químicos em geral;
- ❖ Riscos Biológicos: vírus, bactérias, protozoários, fungos, parasitas, bacilos;

- ❖ Riscos Ergonômicos: esforço físico intenso, levantamento e transporte manual de peso, exigência de postura inadequada, controle rígido de produtividade, imposição de ritmos excessivos, trabalho em turno e noturno, jornadas de trabalho prolongadas, monotonia e repetitividades, outras situações causadoras de stress físico ou psíquico;
- ❖ Riscos de Acidentes: arranjo físico inadequado, máquinas e equipamentos sem proteção, ferramentas inadequadas ou defeituosas, eletricidade, probabilidade de incêndio ou explosão, armazenamento inadequado, outras situações de risco que poderão contribuir para a ocorrência de acidentes.

O mapa de risco classifica os principais grupos de riscos servindo como uma ótima prevenção de acidentes por deixar o usuário do laboratório em alerta acerca dos perigos existentes (OLIVEIRA *et. al.* 2007).

2 OBJETIVOS

2.1 GERAIS

- Preparar o estagiário para o pleno exercício profissional, vivenciando situações reais de trabalho em um laboratório de pesquisa;
- Adaptar, aperfeiçoar e complementar o ensino e a aprendizagem;
- Permitir ao estagiário que conheça a amplitude da área de Química Eletroanalítica;

2.2 ESPECÍFICOS

- Desenvolver habilidades necessárias para acompanhar as atividades de rotina em um laboratório de pesquisa;
- Acompanhar os alunos de iniciação científica e trabalho de conclusão de curso na utilização de equipamentos e software;
- Acompanhar os alunos de iniciação científica e trabalho de conclusão de curso na organização e limpeza do laboratório;
- Acompanhar os alunos de iniciação científica e trabalho de conclusão de curso no desenvolvimento de seus projetos de pesquisa;
- Auxiliar o supervisor acadêmico na organização do laboratório;
- Atualizar o Mapa de Risco do laboratório;

3 CONSIDERAÇÕES GERAIS

O Químico Industrial deve ter domínio dos conhecimentos teóricos, experimentais e técnicos para a utilização de laboratórios e de equipamentos em indústrias, centros de pesquisa e de desenvolvimento (P&D), laboratórios de análise química, empresas prestadoras de serviço na área de gestão e monitoramento ambiental entre outras. O Conselho de Química (o federal e os regionais) criado pela Lei Federal nº 2.800/56 de 18 de junho de 1956 prevê 13 atribuições profissionais para o químico industrial. Estas atribuições estão listadas abaixo:

- 1) Direção, supervisão, programação, coordenação, orientação e responsabilidade técnica no âmbito de suas atribuições respectivas;
- 2) Assistência, assessoria, consultoria, elaboração de orçamentos, divulgação e comercialização no âmbito das atribuições respectivas;
- 3) Vistoria, perícia, avaliação, arbitramento de serviços técnicos, elaboração de pareceres, laudos e atestados, no âmbito das atribuições respectivas;
- 4) Exercício do magistério respeitada a legislação específica;
- 5) Desempenho de cargos e funções técnicas, no âmbito das atribuições respectivas;
- 6) Ensaios e pesquisas em geral, pesquisas e desenvolvimento de métodos e produtos;
- 7) Análises química e físico-química, químico-biológica, bromatológica, toxicológica, biotecnológica e legal, padronização e controle de qualidade.
- 8) Produção, tratamentos prévios e complementares de produtos e resíduos;
- 9) Operação e manutenção de equipamentos e instalações; execução de trabalhos técnicos;
- 10) Condução e controle de operações e processos industriais, de trabalhos técnicos, reparos e manutenção;
- 11) Pesquisa e desenvolvimento de operações e processos industriais;
- 12) Estudo, elaboração e execução de projetos de processamento;
- 13) Estudo da viabilidade técnica e técnico-econômica no âmbito das atribuições respectivas (BRASIL, Lei nº 2800/56).

As atribuições 6 e 11 alicerçam a atuação do químico e químico industrial em pesquisas e projetos científicos. A produção de novas tecnologias, métodos, equipamentos, teorias, etc., são tão importantes quanto a operação e aprimoramento da ciência que já existe. O químico que volta seus conhecimentos, atributos e esforços para pesquisa, produz ciência, sendo assim, serve a humanidade buscando inovações científicas que desenvolvem os processos e produtos químicos produzidos aprimorando a qualidade de vida da sociedade.

4 CARACTERIZAÇÃO DA EMPRESA

4.1 Centro Integrado de Análise e Monitoramento Ambiental – CInAM

O Centro Integrado de Análise e Monitoramento Ambiental (CInAM) é um centro interdisciplinar de pesquisa da UEMS composto de 3 laboratórios: Laboratório de Química Ambiental, Laboratório de Ecologia e Laboratório de Espectroscopia Óptica e Fototérmica.

No Laboratório de Química Ambiental (LQA), são desenvolvidos projetos em diferentes linhas de pesquisas, entre as quais o desenvolvimento de métodos voltamétricos para determinação de pesticidas. O referido laboratório dispõe de diversos equipamentos básicos de pequeno porte para pesquisa na área de Química Analítica e para avaliação da qualidade de águas naturais. Além destes equipamentos, o LQA dispõe de espectrofotômetros, sistemas de análise por injeção em fluxo (FIA) e potenciostato/galvanostato AUTOLAB PGSTAT 30.

A infraestrutura disponível é adequada para a realização de pesquisas no desenvolvimento de metodologias eletroanalíticas para determinação de pesticidas em matrizes como água e solo. A linha de pesquisa em eletroanalítica conta com a participação de alunos de iniciação científica e de alunos que desenvolvem trabalhos de conclusão de curso matriculados nos cursos de graduação de Química Industrial e Química Licenciatura. Com a oferta do mestrado em Recursos Naturais a partir de 2010, alunos de mestrado também tem recentemente desenvolvido pesquisas em eletroquímica e eletroanalítica no LQA do CInAM/UEMS.

A Figura 1 apresenta a planta do CInAM, identificando as principais funções e atividades de cada sala.

FIGURA 1 - Planta do CInAM.



Fonte: BARROS e OLIVEIRA, (2012). Adaptado da planta baixa do CInAM.

5 DESCRIÇÃO DAS ATIVIDADES DESENVOLVIDAS NO ESTÁGIO

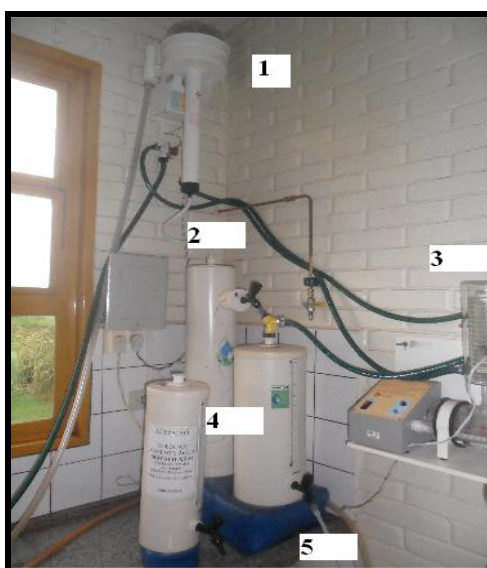
5.1 Atividades rotineiras do LQA.

Acompanhou-se atividades rotineiras de um laboratório de pesquisa na área de química analítica, como produção diária de água destilada e manutenção das vidrarias e objetos de uso analítico (limpeza e estocagem). Esses procedimentos consideravelmente simples são de extrema importância em um laboratório de pesquisa em química analítica, pois uma água livre de interferentes ou impurezas (como os muitos íons que compõem a água de torneira) e vidrarias e frascos limpos, são o mínimo que se necessita em uma prática experimental para que ela receba um status de confiabilidade adequado.

5.1.1 Obtenção de água destilada e deionizada

A Figura 2 mostra o Destilador e Deionizador Quimis 1.800 do LQA.

FIGURA 2 - Sistema de purificação de água da Quimis modelo 1.800.



Fonte: autor.

Em (1) e (3) aparecem os destiladores. Eles aquecem a água que vem da torneira para que evapore permitindo que tudo o que estiver presente com ponto de ebulição e pressão de vapor menor que o dela permaneça na água que ainda não evaporou. Em seguida o vapor de água é condensado, produzindo uma água mais pura no final da operação que no início por estar livre de todos os sais, por ex., que não evaporaram. O destilador (3) é usado para a obtenção de água bidestilada, porém não está em uso por motivos técnicos. Em (2) se mostra o deionizador. Ele recebe a água já destilada e trabalha com espécies de “ímãs” que atraem para si os íons ainda presentes na água. De tempos em tempos é importante limpar o

destilador e medir o valor da condutividade da água para verificar se ela esta sendo eficientemente destilada e deionizada, porém isso não foi feito no período do estágio. (4) mostra os barriletes que servem como reservatórios para a água purificada. O que se encontra a direita (maior: 10 L) permanece sobre um balança (5) e ambos são fixos (assim como o deionizador). Essa balança seve para desligar automaticamente o aparelho baseado no peso da água que cai sobre o barrilete. O reservatório menor (5 L) é móvel e é abastecido com água do barrilete maior e pode ser levado para qualquer sala do LQA, dando praticidade a algumas atividades que demandam muita água destilada, como lavar vidrarias. A água pura é então transferida para pissetas, frascos próprios para utilização dela, o que facilita mais ainda o seu manuseio. A atividade desenvolvida aqui era simplesmente a de ligá-lo e abastecer as pissetas com água destilada para que não faltasse para os alunos que fossem desenvolver algum procedimento.

5.1.2 Lavagem, secagem e acondicionamento das vidrarias limpas.

A Figura 3 mostra a bancada onde se encontra a pia em que são lavadas as vidrarias e, ao seu lado, onde são preparadas as soluções. Estas são guardadas em armários que estão embaixo das bancadas e nas paredes;

FIGURA 3 - Bancada e pia de para lavagem de vidrarias.



Fonte: autor.

É possível ver na figura suportes universais, suportes para pipetas, a pia onde se lavam as vidrarias usadas e se faz o descarte de soluções tampão e dois dos armários (brancos abaixo da bancada e ao fundo em frente à pia) onde são guardadas as vidrarias secas.

A lavagem das vidrarias e frascos é feita primeiramente com detergente e bucha, em seguida enxaguando com água de torneira. Para finalizar é necessário passar água destilada ou

álcool comercial em todas as vidrarias lavadas e só então deixa-la secar em ao ambiente. A cela eletrolítica e os eletrodos utilizados nas medidas voltamétricas são limpos apenas passando água destilada várias vezes e deixando secar ao ambiente.

5.1.3 Acompanhamento de alunos de IC/TCC na área de eletroanalítica.

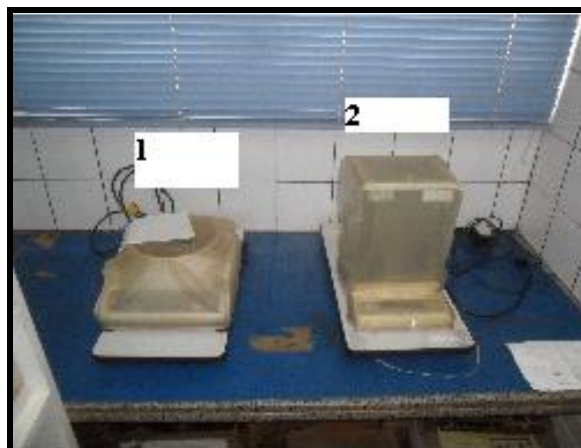
Outra atividade foi o acompanhamento dos alunos de IC/TCC durante a realização de calibrações e medidas em vários equipamentos como balança analítica, condutivímetro, phmetro, potenciostato/galvanostato, e rota-evaporador, assim como na limpeza e manutenção das mesmas. As Figuras 4, 5, 6, 7 e 8 ilustram esses equipamentos na ordem de citação.

Acompanhou-se de perto quatro trabalhos de alunos bolsistas (todos de iniciação científica que provavelmente posteriormente se tornarão trabalhos de conclusão de curso) desde o levantamento bibliográfico, entendimento da metodologia até a inicialização da parte prática prevista nos respectivos trabalhos. Segue os títulos destes trabalhos: *Desenvolvimento de novo método analítico para determinação do índice de acidez em biodiesel* (FERRAZ e FIORUCCI, 2012), *Estudo da viabilidade de determinação voltamétrica de metamidofós com eletrodo de pasta de carbono modificado com pó de bismuto* (SILVA e FIORUCCI, 2012) *Estudo eletroanalítico para a detecção voltamétrica do herbicida Sulfentrazone com eletrodo de pasta de carbono modificado com óxido de bismuto* (SILVA e FIORUCCI, 2012) e *Avaliação de procedimentos de modificação eletroquímica do eletrodo de pasta de carbono para detecção voltamétrica do herbicida glifosato* (CHAVES e FIORUCCI, 2012).

5.1.4 Medidas de massa.

A Figura 4 mostra as balanças (Gehaka BG2000 (1), Sartorius BL2105 (2)) do LQA.

FIGURA 4 - Balanças: Gehaka BG2000 (1), Sartorius BL2105 (2).



Fonte: autor.

Antes de qualquer pesagem era necessário averiguar o nivelamento do menisco da balança confirmando se a bolha, presente em sua base, estava centralizada em relação a marca circular. Uma balança desnivelada afere massas incorretamente, pois o centro de massa fica deslocado e a distribuição de forças é desigual no prato de pesagem.

Após o fim de cada medida os alunos eram instruídos a limpar a balança com um pincel de cerdas macias para remoção de eventuais sujeiras (resíduos).

Para controle, preservação e manutenção da balança todos os usuários deveriam registrar em folha de controle específico, o nome, dia e horário da pesagem, pois no caso da balança apresentar algum defeito fosse possível identificar os usuários a fim de tentar descobrir as causas.

5.1.5 Medidas de condutividade e de pH.

O condutivímetro (Figura 5) e pHmetro (Figura 6) foram operados mediante um treinamento oferecido pelo estagiário aos alunos que iniciavam o contato com esses equipamentos. Obviamente isso foi feito porque o aluno-estagiário tinha experiência com os equipamentos e com autorização e supervisão do professor responsável pelo LQA.

FIGURA 5 - Condutivímetro da Digimed DM – 31.



Fonte: autor.

FIGURA 6 - pHmetro da Micronal B474.

Fonte: autor.

Eles deveriam sempre ser calibrados antes de serem usados e as calibrações eram semelhantes. Ambos trabalham com eletrodos que deviam ser imersos em uma solução padrão com condutividade (σ) e pH, respectivamente, conhecidos e esperava-se um tempo para estabilizar o equipamento. Feito isso estavam prontos para medidas reais. O valor de condutividade e pH usado eram aqueles que o próprio equipamento pedia. Por exemplo, pH = 4 e 7 e $\sigma = 1,214 \mu\text{S}/\text{cm}^3$.

Esses equipamentos efetuam suas medidas tomando como referencial uma curva que o software do aparelho cria baseado nas soluções padrão que o operador usa. Eles são programados para trabalhar em certas condições que eles mesmos informam pelo display. Assim a calibração se torna essencial para garantir medidas corretas, pois todas elas serão baseadas no valor da solução padrão utilizada.

5.1.6 Medidas voltamétricas.

O potenciostato (Figura 7) também era operado após um treinamento oferecido pelo estagiário, mas por ser um equipamento mais caro e sofisticado exigiu um acompanhamento por um período maior de tempo para cada aluno antes que eles pudessem operá-lo sozinhos.

FIGURA 7 - Potenciostato/Galvanostato da Autolab PGSTAT 30.



Fonte: autor.

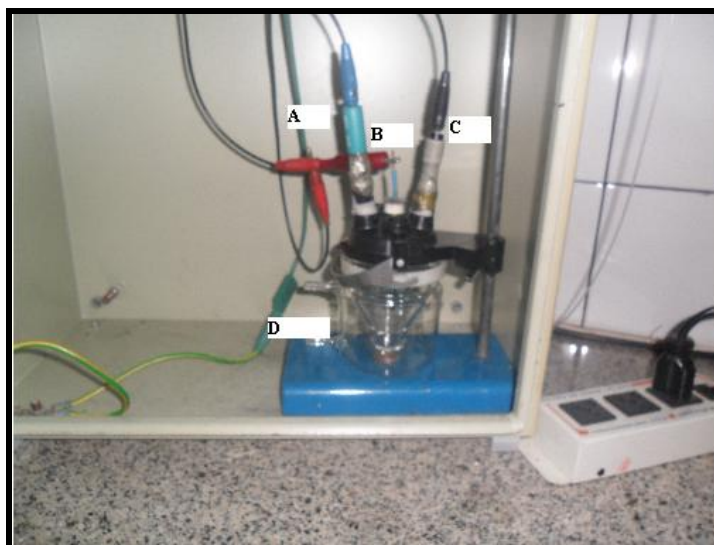
As Figuras 8 e 9 mostram o potenciostato e os demais equipamentos acoplados.

FIGURA 8 – (1) potenciostato, (2) caixa de Faraday, (3) cela eletrolítica e (4) computador interfaciado com Autolab 4.9.



Fonte: autor.

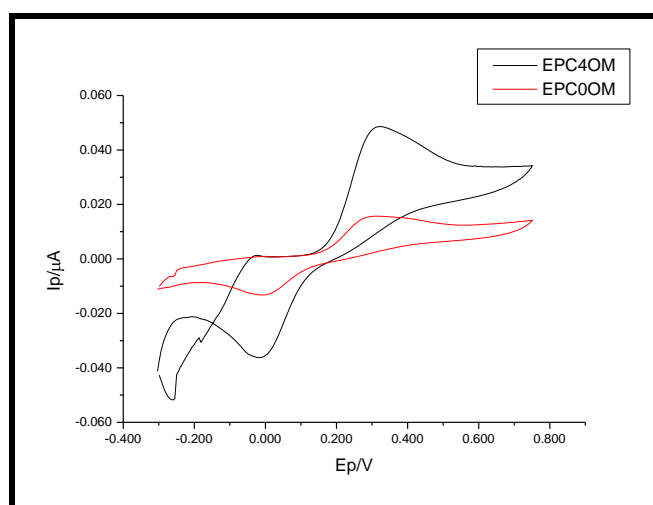
FIGURA 9 – (A) eletrodo de referência de Ag/AgCl, (B) eletrodo de trabalho, (C) contra eletrodo de platina e (D) cela eletrolítica.



Fonte: autor.

O potenciostato gera um potencial elétrico que chega à solução do analito (presente na cela eletrolítica - D) através do eletrodo de trabalho (B). O eletrodo de referência (A) serve para medir a diferença de potencial que corre entre eletrodo de trabalho e o contra eletrodo (C), que por sua vez serve para fechar o circuito elétrico com o eletrodo de trabalho. Esse sistema (eletrodos/cela eletrolítica) esta sempre dentro da gaiola de Faraday durante a análise, que serve para isolar o conjunto de interferências externas. O computador interfaciado com o software GPES – Autolab lê a variação da corrente pela variação do potencial gerando um voltamograma (Figura 10) que é usado pelo analista para entender o que ocorreu na cela.

FIGURA 10 - Exemplo de voltamograma cíclico



Fonte: autor.

Essas medidas voltamétricas são muito úteis para detecção e quantificação de pesticidas, herbicidas, antioxidantes, metais pesados, etc.

5.1.7 Preparo de pastas de carbono.

Outra atividade desenvolvida foi o acompanhamento do preparo de pastas de carbono para eletrodos manufaturados. Nas Figuras 11 e 12 são apresentados dois diferentes sistemas utilizados para obtenção das pastas de carbono, maceração e agitação mecânica, respectivamente.

Figura 11 - Homogeneização por maceração da pasta de Carbono 1.



Fonte: autor.

Figura 12 - Homogeneização por agitação mecânica da pasta de carbono 2.



Fonte: autor.

As pastas eram preparadas de acordo com metodologias específicas da bibliografia consultada de cada projeto. De modo geral eram medidas nas balanças analíticas da Figura 4 as massas de grafite, de algum óleo aglutinante e de algum modificador. As massas correspondiam a uma proporção pré-estabelecida, por ex., 50% grafite, 20% modificador e 30% óleo aglutinante. A Figura 11 mostra um graal e um pistilo que foram usados na maceração de algumas pastas. A Figura 12 mostra um sistema de agitação magnética

(agitador magnético da Fisatom 752) usado para homogeneizar outro tipo de pasta. A esta era adicionada um solvente orgânico que, sob agitação, evaporava e deixava a pasta homogênea.

5.2 Preparo de soluções.

Auxiliou-se os alunos bolsistas no manuseio de vidrarias e reagentes para preparação de diversas soluções tampão e soluções de analitos.

5.2.1 Soluções tampão.

As soluções tampões eram preparadas (Figura 13) seguindo uma metodologia estabelecida pela literatura, citada nos trabalhos de IC. Por exemplo, para obter soluções com pHs ácidos, misturava-se um ácido fraco com um sal formado pela base conjugada. O pH da solução depende do tipo de ácido e base conjugada utilizado e da proporção entre os mesmos.

FIGURA 13 - Sistema para medidas de pH sob agitação para preparação de soluções tampão.



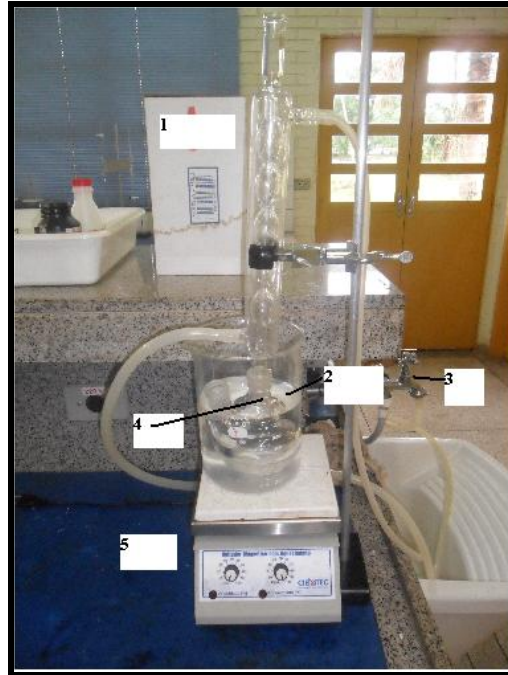
Fonte: autor.

Essas soluções eram usadas como eletrólito de suporte, ou seja, a solução em que se dissolve o analito ou em que se adiciona o analito dissolvido para medidas voltamétricas. É importante o uso de tampões porque sua propriedade de manter uma baixa variação do pH facilita o descarte, o qual pode ser despejado na pia.

5.2.2 Sistema de refluxo para síntese de biodiesel.

Prestou-se auxílio também na montagem da aparelhagem de sistema de refluxo na preparação de Biodiesel (Figura 14).

FIGURA 14 - Sistema de refluxo: (1) condensador, (2) banho – maria, (3) torneira que fornecia água, (4) balão reacional de duas bocas e (5) aquecedor e agitador magnético da Cientec CT103.



Fonte: autor.

No balão reacional (4) era deixado sob agitação e aquecimento sobre o Agitador Magnético e Aquecedor da Cientec CT103 (5) e em banho-maria (2) o sistema óleo/catalisador/solvente, na proporção pré-estabelecida, e o refluxo garantia um melhor rendimento da reação, pois o vapor que subia, condensava (1) e escorria novamente na forma líquida para o balão reacional. O controle da temperatura era feito com um termômetro que era inserido na segunda boca do balão reacional.

5.3 Organização do LQA.

5.3.1 Descarte de soluções.

Iniciou-se um processo de organização laboratorial com o descarte de soluções antigas e sem uso, desocupando assim, espaço e material para novas atividades. Esse descarte foi efetuado em sua maioria na pia mesmo, pois se tratava de soluções tampão. Além disso, foi providenciado um armazenamento mais adequado de reagentes tóxicos que não podem ser descartados sem tratamento, já que antes esses resíduos estavam armazenados junto com outras soluções. A Figura 15 mostra alguns frascos destinados para os resíduos mais tóxicos que permanecerão armazenados até que se faça um tratamento adequado.

FIGURA 15 - Frascos para descarte de resíduos tóxicos. Ex: mercúrio, cádmio, chumbo, etc.



Fonte: autor.

5.3.2 Organização das salas.

5.3.2.1 Laboratório de preparo.

É a sala principal do laboratório. Nesta sala são preparadas as soluções não-tóxicas usadas nas análises, as soluções de maior risco são preparadas na capela que fica em outra sala. Nessa sala também tem um computador disponível para os alunos fazerem pesquisas, trabalhos, etc. Além disso, é a sala que comporta os armários que alocam as vidrarias mais utilizadas: béqueres, provetas, pipetas, buretas, balões volumétricos, entre outras.

As Figuras 16 e 17 apresentam a vista geral dessa sala nos períodos de ago/2012 e out/2012.

FIGURA 16 - Vista geral da sala de preparo de soluções: bancadas, armários e computadores (ago/2012).



Fonte: autor.

FIGURA 17 - Vista geral da sala de preparo de soluções: bancadas, armários e computadores (out/2012).



Fonte: autor.

5.3.2.1.1 Chuveiro de emergência.

O chuveiro de emergência estava com acesso impedido por objetos como cadeira e armário (Figura 18) agora o armário foi removido dali deixando livre o acesso ao chuveiro (Figura 19).

Figura 18 - Chuveiro obstruído (ago/2012).



Fonte: autor.

Figura 19 - Acesso ao chuveiro desobstruído (out/2012).



Fonte: autor.

5.3.2.1.2 Primeiro Socorros.

O material de primeiros socorros se encontrava sobre um armário dificultando o acesso, que caso necessário deveria ser imediato (Figura 20), agora está sobre a bancada principal ao alcance de todos (Figura 21).

FIGURA 20 – Caixa de primeiros socorros em local de difícil acesso (ago/2012).



Fonte: autor.

FIGURA 21 – Caixa de primeiros socorros em local de livre acesso (out/2012).



Fonte: autor.

5.3.2.1.3 Balanças.

A balança analítica se encontrava em um local inadequado do ponto de vista analítico, pois, o local é aberto e o fluxo de ar pode provocar movimentações no prato de pesagem acarretando em medidas de massa incorretas (Figura 22). Depois da reorganização do laboratório as balanças passaram a se localizar no almoxarifado de reagentes por ser uma sala pequena e de pouco uso (Figura 23).

FIGURA 22 - Balança em local inadequado (ago/2012). FIGURA 23 – Balança em local mais adequado (out/2012).



Fonte: autor.



Fonte: autor.

Apesar de não ser o local correto, foi o mais adequado que o laboratório podia oferecer de imediato.

5.3.3 Laboratório do Galvanostato.

Esta é a sala em que se encontra o potenciostato/galvanostato e aonde são feitas as medidas voltamétricas de análise. As Figuras 24 e 25 mostram a vista geral da sala e evidenciam algumas mudanças efetuadas. No lugar da estufa sobre uma mesa branca (Figura

24) encontra-se um computador utilizado para tratamento dos dados obtidos nas diversas análises feitas pelos alunos.

FIGURA 24 - Vista geral (ago/2012).



Fonte: autor.

FIGURA 25 - Vista geral (out/2012).



Fonte: autor.

Nesta sala também havia pesticidas e herbicidas sobre a bancada (Figura 26) que foram estocados em armários na sala da capela (Figura 27).

FIGURA 26 - Pesticidas e herbicidas (sala do potenciostato). FIGURA 27 - Pesticidas e Herbicidas (sala da capela).



Fonte: autor.



Fonte: autor.

Essa mudança diminuiu o risco químico dessa sala.

5.3.4 Almojarifado de reagentes.

É a sala onde são estocados os reagentes sólidos.

O fundo do almojarifado de reagentes era muito bagunçado com caixas vazias e reagentes mal estocados (Figura 28) agora apesar de ainda conter algumas caixas está bem mais organizado possibilitando que está sala se tornasse também a sala de pesagem (Figura 29).

FIGURA 28 - Fundo do almoxarifado de reagentes (ago/2012).



FIGURA 29 - Fundo do almoxarifado de reagentes (out/2012).

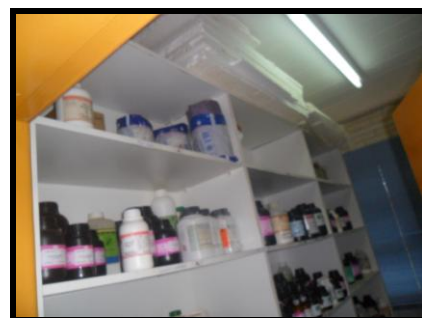


O armário de metal continuou nesta sala, mas seu conteúdo foi alterado. Os reagentes líquidos que estavam nele foram levados para outro armário que se encontra na sala da capela, que é o local designado para estocar reagentes mais tóxicos e voláteis.

A caixa apresentada na Figura 30 fornecia risco a quem entrasse nesse almoxarifado, por isso ela foi para o almoxarifado de materiais e sobre os armários de reagentes foram colocados isopores (Figura 31) que não tinham outro lugar para serem armazenados.

FIGURA 30 - Caixa sobre o armário da parede (ago/2012).

FIGURA 31 - Isopores sobre armário (out/2012).



Os isopores oferecem bem menos riscos ao eventualmente caírem do que uma caixa de vidrarias.

5.3.5 Almoxarifado de Materiais.

É neste local que são guardados os equipamentos que não estão sendo utilizados, como aquecedores, pHmetros, eletrodos, caixa de ferramentas, etc.

As estantes eram muito desorganizado sendo difícil encontrar o que se desejava (Figura 32) agora eles estão mais organizado e com mais espaço para alocar mais materiais se necessário (Figura 33).

FIGURA 32 - Armários de materiais (ago/2012).



FIGURA 33 - Armários de materiais (out/2012).



Os armários da parede estavam com caixas mal alojadas sobre ele criando um grande risco de acidente (Figura 34). Agora as caixas estão mais bem organizadas para evitar uma situação indesejada devido a alguma queda, já que não foi possível retirá-las desse local (Figura 35).

FIGURA 34 - Armários da parede (ago/2012).

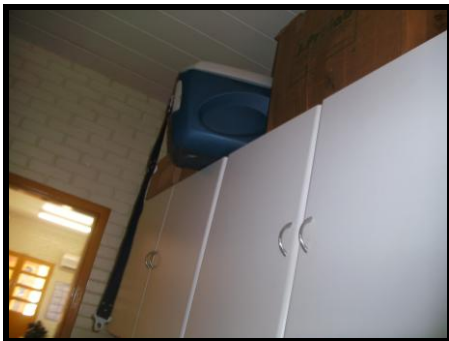


FIGURA 35 - Armários da parede (out/2012).



Havia também nessa sala alguns reagentes líquidos voláteis e tóxicos (Figura 36), mas agora todos estão na sala da capela.

FIGURA 36 - Reagentes líquidos impróprios para o local (ago/2012).



5.3.6 Sala de Instrumentação.

Nessa sala não foi feita nenhuma alteração, apenas foi proibido que os alunos comessem nesse local. Ainda é permitido guardar comida na geladeira mostrada na Figura 37 abaixo, porém comer somente fora do laboratório.

FIGURA 37 - Geladeira da sala de instrumentação.



5.3.7 Sala do Destilador

Essa sala comporta uma geladeira para armazenamento de soluções que necessitam de temperatura baixa para não decomporem, ou proliferarem micro-organismos, como soluções tampão, uma BDO e o principal equipamento da sala, o destilador.

Havia muitas caixas de papelão (montadas e desmontadas) dificultando a abertura das portas, além de uma geladeira no local onde deveria estar livre por ser uma rota de fuga da sala da capela (Figura 38). Agora a passagem está livre, pois as caixas e a geladeira foram remanejadas (Figura 38).

FIGURA 38 - Materiais impedindo passagem (ago/2012).



FIGURA 39 - Vista geral (out/2012).



5.3.8 Sala da Capela.

É a sala onde se encontra a capela do LQA e o local designado como obrigatório para manipular qualquer substâncias voláteis e tóxicas.

A capela era lotada de equipamentos e reagentes (Figura 40) e agora esta mais organizada com apenas o necessário dentro e mesmo assim apenas quando o equipamento esta sendo usado (Figura 41).

FIGURA 40 - Capela (ago/2012).



FIGURA 41 - Capela (out/2012).



Os armários que se encontram na sala da capela estavam muito desorganizados, alguns contendo mais peso do que suportam (Figura 42). Agora os reagentes foram remanejados de modo a não acarretar risco de quebra do armário (Figura 43).

FIGURA 42 - Armários para reagentes líquidos (ago/2012).



Fonte: autor.

FIGURA 43 - Armários para reagentes líquidos (out/2012).



Fonte: autor.

A mesa que se encontrava à frente da capela esta suportando um peso relativamente grande de uma estufa e estava cheia de garrafas que não tinham mais serventia. Abaixo dela também havia uma grande desorganização por conta de mais frascos e garrafas pets que não tinham mais necessidade de permanecer ali (Figura 44). Portanto, foram remanejadas. Agora há uma mesa mais resistente e as estufas que estão sobre ela não apresentam risco algum de cair (Figura 45).

FIGURA 44 - Mesa em frente à capela (ago/2012).



Fonte: autor.

FIGURA 45 - Mesa em frente à capela (out/2012).



Fonte: autor.

A porta que deveria servir como saída de emergência da sala da capela estava completamente inutilizada por conta de objetos que impedia que ela fosse aberta (Figura 46). Agora a passagem está livre (Figura 47).

FIGURA 46 - Porta obstruída (ago/2012).



Fonte: autor.

FIGURA 47- Passagem desobstruída (out/2012).

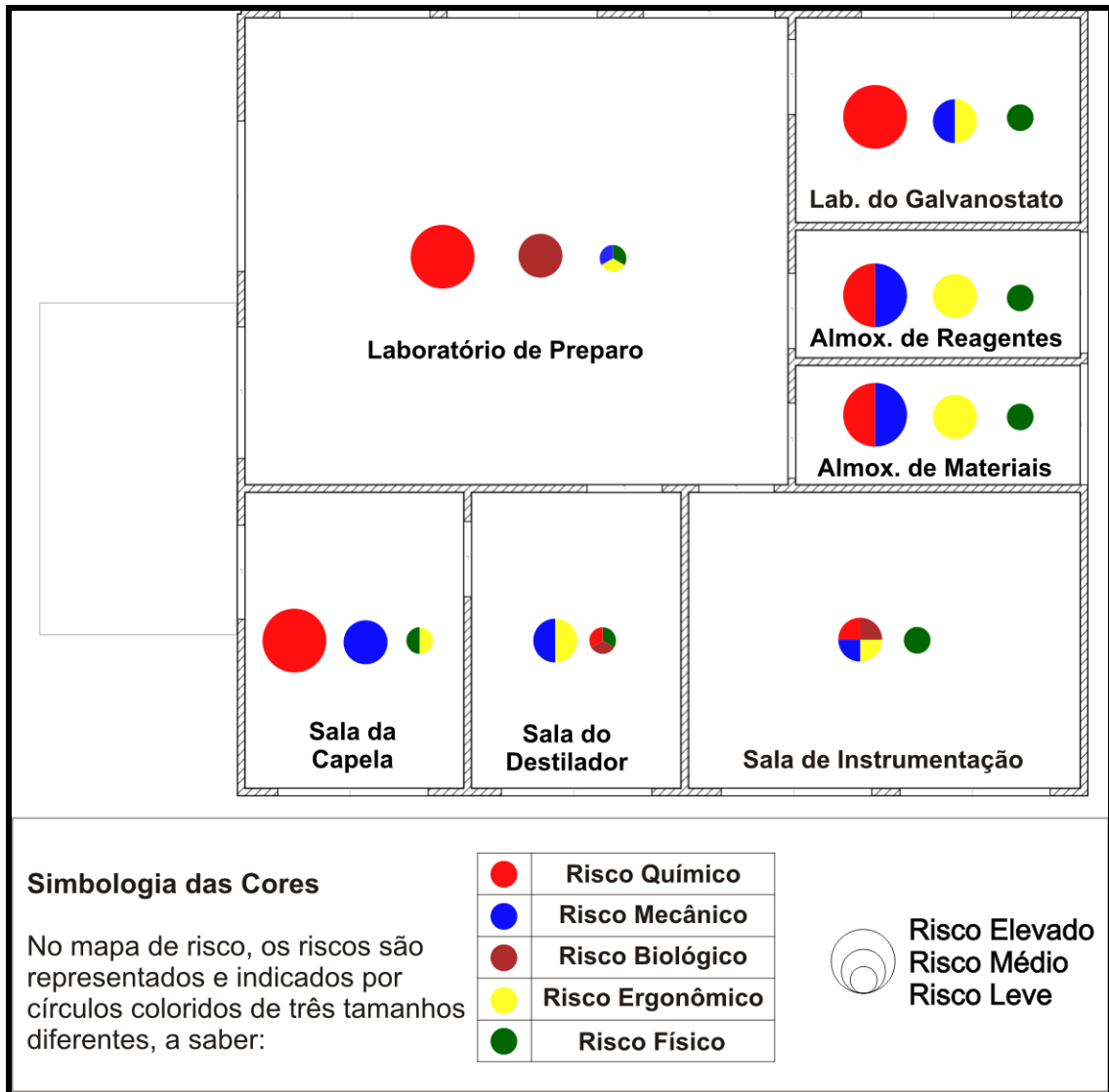


Fonte: autor.

5.4 Atualização do mapa de risco.

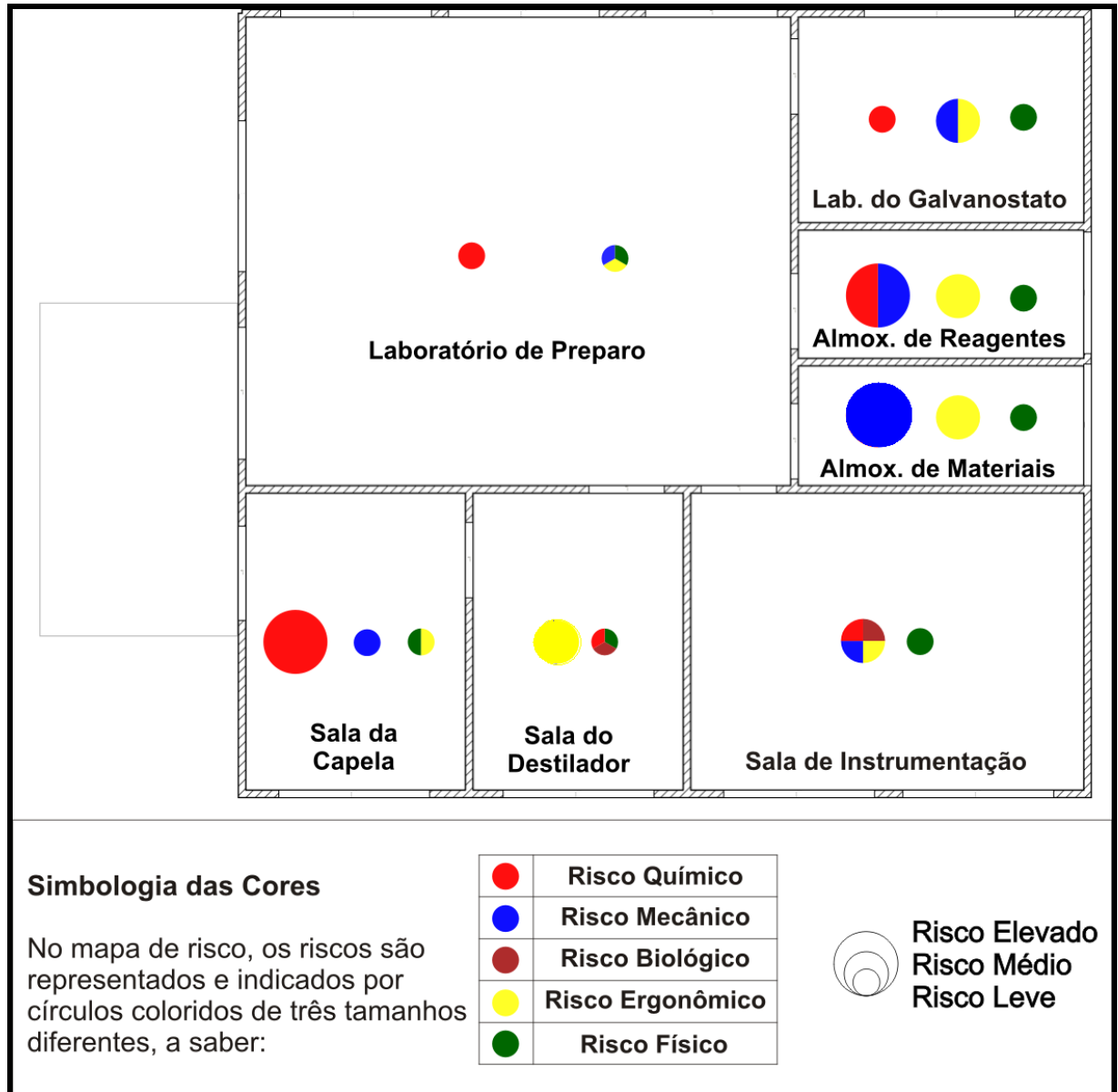
Outra atividade foi a atualização do mapa de risco do LQA para acompanhar as mudanças efetuadas no local. Anteriormente foi realizada a confecção do mapa de risco para o laboratório por BARROS e OLIVEIRA (2012), porém, como algumas alterações foram realizadas, houve a necessidade de uma reformulação no documento. A Figura 48 apresenta o mapa de risco do LQA antes e a Figura 49 apresenta o mapa de risco depois das readequações.

FIGURA 48 - Mapa de Risco do LQA (ago/2012)



Fonte: BARROS e OLIVEIRA, 2012.

FIGURA 49 - Mapa de Risco do LQA (out/2012)



Fonte: autor. Adaptado de BARROS e OLIVEIRA (2012).

6 CONTRIBUIÇÕES DO ESTÁGIO PARA A FORMAÇÃO PROFISSIONAL

Um laboratório como o LQA, que trabalha com muitos alunos que estão nos primeiros anos da graduação, e conseqüentemente no início do contato com a pesquisa, e com alunos da pós-graduação, que já são pesquisadores, oferece um excelente campo de experiência para quem pretende seguir uma carreira acadêmica, pois possibilita um contato real com a rotina de vários pesquisadores e suas soluções para as mais variadas dificuldades que aparecem durante seu trabalho.

Além disso, dá ótimas noções de gerenciamento ao lidar com vários projetos diferentes, cada um com suas próprias especificidades e necessidades.

A realização do estágio no laboratório de química ambiental contribuiu para enriquecer o conhecimento em Química Analítica, uma área extremamente abrangente e versátil. As atividades desenvolvidas no LQA utilizam-se pelo menos três técnicas muito difundidas, como a potenciometria, condutometria e voltametria. Todas são técnicas eletroanalíticas que predispõem de um conhecimento também na área de eletroquímica.

Além disso, um laboratório deve ser organizado e mantido sob normas já estabelecidas para segurança, melhores condições de trabalho e melhor aproveitamento do espaço físico. Incluem-se então, noções de gerenciamento de atividades e equipamentos/reagentes e gestão de pessoas aos conhecimentos adquiridos e aperfeiçoados no desenvolvimento da atividade de estágio no LQA.

7 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Devido a grande abrangência da Química Analítica em relação à métodos e técnicas de análise, um laboratório como o LQA oferece uma experiência muito proveitosa para quem se interessa em seguir uma carreira acadêmica tornando-se um professor/pesquisador, pois permite contato com alunos tanto do início da graduação como de pós-graduação, cada um deles com seu projeto de pesquisa específico que demanda um alto nível de conhecimento teórico e prático. Além disso, os diversos equipamentos e softwares utilizados em cada técnica permitem um contato com uma parte da química que pode não ter sido apresentado ao aluno-estagiário durante a graduação.

O período do estágio foi usado para fazer várias mudanças no LAQ. Assim, o aluno-estagiário acompanhou inicialmente o desenvolvimento dessas alterações e posteriormente, quando adquiriu um pouco mais de experiência, foi permitido e designado que ele executasse o restante do processo de reorganização. Assim sendo, após o fim do estágio o laboratório ficou mais organizado, com mais espaço para se locomover, com melhor aproveitamento do espaço das bancadas e armários, obteve um mapa de risco atualizado e passou a obedecer algumas regras de segurança não observadas anteriormente como, por exemplo, a proibição de qualquer tipo de alimentação dentro do laboratório, a obrigatoriedade de estar de jaleco para permanecer neste espaço, entre outras.

8 REFERÊNCIAS

- BARROS, Elliel Garcia de Souza. OLIVEIRA, Hérisson Joaquim de. Mapa de Risco. Disciplina de Higiene e Segurança do Trabalho. Química Industrial – UEMS. Dourados, MS. 2012.
- CHAVES, Aline. Avaliação de procedimentos de modificação eletroquímica do eletrodo de pasta de carbono para detecção voltamétrica do herbicida glifosato. Iniciação Científica – UEMS. Dourados, MS. 2012.
- CIENFUEGOS, Freddy. Segurança no Laboratório. Editora Interciência. Rio de Janeiro. 2001. Pgs VII e 1.
- FERRAZ, Juliana Rodrigues. FIORUCCI, Antônio Rogério. Desenvolvimento de novo método analítico para determinação do índice de acidez em biodiesel. Projeto Petrobrás - UEMS. Dourados, MS. 2012.
- JÚNIOR, Waldemar Pacheco et. al. Pesquisa Científica sem Tropeços: abordagem sistêmica. Editora Atlas. São Paulo. 2007 pgs. 2, 3, 7, 8, 9 e 10.
- MARCONI, Marina de Andrade et. al. Técnicas de Pesquisa: planejamento e execução de pesquisas; amostragens e técnicas de pesquisa; elaboração, análise e interpretação de dados. Editora Atlas. Sétima edição. São Paulo. 2008. Pg 75.
- OLIVEIRA, Celia Maria Alem et al. Guia de Laboratório para o Ensino de Química: instalação, montagem e operação. São Paulo: São Paulo, 2007;
- SILVA, André dos Santos. FIORUCCI, Antônio Rogério. Estudo da viabilidade de determinação voltamétrica de metamidofós com eletrodo de pasta de carbono modificado com pó de bismuto. Iniciação Científica – UEMS. Dourados, MS. 2012.
- SILVA, E. A.; FIORUCCI, A. R.; Estudo eletroanalítico para a detecção voltamétrica do herbicida Sulfentrazone com eletrodo de pasta de carbono modificado com óxido de bismuto. Iniciação Científica – UEMS. Dourados, MS. 2012
- BRASIL. Lei n.º 2800, 8 de junho de 1956. Cria os Conselhos Federal e Regionais de Química, dispõe sobre o exercício da profissão de químico, e dá outras providências. Disponível em: <http://www.cfq.org.br/lei2800.htm>; Acesso em: 25/Nov./2012.

9 ANEXOS

Anexo I – Termo de Compromisso de Estágio

Anexo II – Plano de Atividade de Estágio

Anexo III – Declaração de Conclusão de Estágio