UNIDADE DE ENSINO SUPERIOR DE FEIRA DE SANTANA
LOUISE LOURRANA VIEIRA DE FREITAS SANTOS
MARIA IRACEMA BARBOSA PEIXINHO

ELABORAÇÃO DE MANUAL DE CONTROLE, ACONDICIONAMENTO E REVALIDAÇÃO DE REAGENTES QUÍMICOS DO LABORATÓRIO DE UMA INSTITUIÇÃO DE ENSINO SUPERIOR NA REGIÃO DE FEIRA DE SANTANA - BA

Feira de Santana
2021

Louise Lourrana Vieira De Freitas Santos
Maria Iracema Barbosa Peixinho

ELABORAÇÃO UM MANUAL DE CONTROLE, ACONDICIONAMENTO E REVALIDAÇÃO DE REAGENTES QUÍMICOS DO LABORATÓRIO DE UMA INSTITUIÇÃO DE ENSINO SUPERIOR NA REGIÃO DE FEIRA DE SANTANA - BA

Trabalho de Conclusão de Curso II apresentado à Unidade de Ensino Superior de Feira de Santana como requisito parcial obrigatório para obtenção do grau de Engenheiro Químico, sob a supervisão da Professora Dr.ª Maria das Neves Moreira Carneiro.

Orientadora: Prof(a) Me. Dranda. Maria das Neves Moreira Carneiro.

Coorientador: Prof(a) Me. Ricardo de Oliveira Mota

Feira de Santana
2021

LOUISE LOURRANA VIEIRA DE FREITAS SANTOS
MARIA IRACEMA BARBOSA PEIXINHO

ELABORAÇÃO UM MANUAL DE CONTROLE, ACONDICIONAMENTO E REVALIDAÇÃO DE REAGENTES QUÍMICOS DO LABORATÓRIO DE UMA INSTITUIÇÃO DE ENSINO SUPERIOR NA REGIÃO DE FEIRA DE SANTANA - BA

Feira de Santana, 20/12/2021

Banca Examinadora:

_____

Prof. Me. Dranda. Maria das Neves Moreira Carneiro
Unidade de Ensino Superior de Feira de Santana (UNEF)
Orientador (a)

_____

Prof. Me. Ricardo de Oliveira Mota
Unidade de Ensino Superior de Feira de Santana (UNEF)
Coorientador

_____

Karoline Coutinho de Santana
Unidade de Ensino Superior de Feira de Santana (UNEF)
Examinador

_____

Carla Adriane Ramos Segatto Fountora
Unidade de Ensino Superior de Feira de Santana (UNEF)
Examinador (a)

AGRADECIMENTOS

Primeiramente a Deus, por nos possibilitar viver, nos fornecer sabedoria, saúde e força para conseguir superar os desafios impostos durante os cinco anos de formação, nunca abrindo mão das nossas metas, sonhos e objetivos.

Aos familiares e amigos que até aqui apoiaram e estenderam a mão para nos ajudar durante toda essa caminhada, fazendo sempre o possível para colaborar na realização dos nossos sonhos.

Aos profissionais da instituição de ensino pelos ensinamentos, experiências compartilhadas e paciência que tiveram conosco, possibilitando um melhor desempenho e compreensão de conteúdos teóricos e práticos durante a formação, em especial a Prof. Me. Dranda. Maria das Neves Moreira Carneiro e Prof. Me. Ricardo de Oliveira Mota que aceitaram nos orientar com paciência e dedicação, sempre disponíveis a compartilhar conosco seus conhecimentos. A Prof. (a) Renata Velasques Menezes por todo suporte técnico e teórico que nos forneceu no início do TCC 1, sempre disposta a nos ouvir e auxiliar.

Aos profissionais do laboratório de saúde da instituição pela atenção, colaboração, apoio e incentivo na escolha do tema. Aos nossos amigos e colegas que sempre estiveram dispostos a nos ouvir e aconselhar em momentos de dificuldades impostas ao decorrer do curso, sempre com uma palavra amiga e de conforto, essenciais para nos ajudar a seguir

Por fim, nossa gratidão a todas as pessoas que direta ou indiretamente participaram dessa caminhada e tornaram esse sonho uma realidade.

RESUMO

Devido a crescente geração de resíduos, a preocupação com a destinação adequada de resíduos vem ganhando maior atenção. Os reagentes fora do prazo de validade se encaixam nesse quantitativo, sendo a revalidação uma alternativa viável e sustentável, que consiste na realização de analises para verificar a segurança em relação aos parâmetros de qualidade do produto. Com isso, este trabalho pretende fazer um controle de reagentes que a Instituição de Ensino Superior da Região de Feira de Santana - BA possui. Esse processo é dividido em quatro fases, sendo estas: o levantamento dos reagentes presentes na instituição, a busca de referências que embasem cientificamente o tema, a seleção de reagentes com condições necessárias para a revalidação, e a confecção do manual de controle, acondicionamento e revalidação de reagentes. O manual será utilizado por meio da própria instituição de ensino, minimizando os danos ao meio ambiente, de maneira sustentável e reduzindo os custos de aquisição de novos produtos. Logo, o trabalho possui o objetivo de desenvolver um manual de controle, acondicionamento e revalidação dos reagentes químicos presentes no laboratório da instituição de ensino. Esta conta com as especificações descritas sobre os ensaios físico-químicos do ácido tricloroacético, permanganato de potássio e sulfato de sódio, que dispõem sobre suas respectivas identificações, ensaios de pureza e doseamento, além de constar como armazená-los e manuseá-los. O manual do controle de qualidade irá auxiliar no gerenciamento rigoroso dos parâmetros que as leis vigentes requerem, trazendo ao meio ambiente progressos positivos através da reutilização de reagentes químicos.

Palavras-chave: Reagentes Químicos, Revalidação, Controle, Acondicionamento, Validade.

ABSTRACT

Due to the increasing generation of waste, the concern with the proper disposal of waste has been gaining greater attention. The non-expiration date reagents fit this quantity, and the revalidation is a viable and sustainable alternative, which consists in conducting analyses to verify the safety in relation to the product quality parameters. With this, this work intends to make a control of reagents that the Intuition of Higher Education of the Region of Feira de Santana - BA has. This process is divided into four phases, which are: the survey of the reagents present in the institution, the search for references that scientifically base the theme, the selection of reagents with necessary conditions for revalidation, and the preparation of the manual of control, packaging and revalidation of reagents. The manual will be used through the educational institution itself, minimizing damage to the environment, in a sustainable way and reducing the costs of acquiring new products. Therefore, the work has the objective of developing a manual of control, packaging and revalidation of chemical reagents present in the laboratory of the educational institution. It has the specifications described on the physical-chemical assays of trichloroacetic acid, potassium permanganate and sodium sulfate, which provide for their respective identifications, purity and dosing tests, as well as include how to store and handle them. The quality control manual will assist in the strict management of the parameters that current laws require, bringing to the environment positive progress through the reuse of chemical reagents.

Keywords: Chemical Reagents, Revalidation, Control, Packaging, Validity.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 01 - Fórmula estrutural do ácido tricloroacético 19

Figura 02 - Fórmula estrutural do permanganato de potássio 20

Figura 03 - Fórmula estrutural do sulfato de sódio 20

Figura 04- Relação de quantidade de reagentes dentro do prazo de validade 24

Figura 05 - Relação de quantidade de reagentes vencidos 25

Figura 06 - Relação de reagentes encontrados 27

LISTA DE TABELAS

Tabela 01 – Relação entre quantidade de reagentes com vencimento para o ano de 2022 26

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
NBR	Norma Brasileira
CONAMA	Conselho Nacional do Meio Ambiente
RDC	Resolução da Diretoria Colegiada
OMS	Organização Mundial de Saúde
BPL	Boas Práticas de laboratório
INMETRO	Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia
ISO	Organização Internacional de Normalização
ACS	Comitê da American Chemical Society
NIST	National Institute of Standards and Technology
SciELO	Scientific Electronic Library Online
LILACS	Caribe em Ciências da Saúde
BA	Bahia
CTI	Centro de Tecnologia e Inovação
mL	Mililitro
M	Molaridade
g	Grama
mg	Miligrama
ppm	Partes por milhão
SV	Sólidos voláteis

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO 12
2 OBJETIVOS 14
2.1 Objetivo geral 14
2.2 Objetivo específico 14
3 REVISÃO DE LITERATURA 15
3.1 Descarte de reagentes químicos 15
3.2 Leis e normas 16
3.2.1 Código de Defesa do Consumidor 16
3.2.2 Resolução RDC nº 157/2002 16
3.2.3 NIT/Dicla-035 16
3.2.4 Portaria nº 500/MS/SNVS, de 09 de outubro de 1997 17
3.2.5 NBR ISO 9001 17
3.3 Alternativas para reutilização de reagentes químicos vencidos 17
3.4 Quimiometria 18
3.4.1 Definição 18
3.4.2 Estudos de estabilidade 18
3.5 Reagentes Químicos 18
3.5.1 Ácido tricloroacético 19
3.5.2 Permanganato de potássio 19
3.5.3 Sulfato de sódio 20
3.6 Controle, acondicionamento e manuseio 21
3.6.1 Ácido tricloroacético 21
3.6.2 Permanganato de potássio 21
3.6.3 Sulfato de sódio 22
4 METODOLOGIA 23
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO 24
5.1 Manual de controle, acondicionamento e revalidação de reagentes químicos 27
5.1.1 Ensaios físico-químicos do ácido tricloroacético 28
5.1.2 Ensaios físico-químicos do permanganato de potássio 29
5.1.3 Ensaios físico-químicos do sulfato de sódio 31
5.2 Validação da revalidação 33
ANEXO I – LISTA DE REAGENTES 38
ANEXO II – MANUAL DE CONTROLE, ACONDIONAMENTO E REVALIDAÇÃO DE REAGENTES QUÍMICOS 43

APÊNDICE I- ENSAIOS COMPLEMENTARES PARA A DETERMINAÇÃO DA PUREZA 52
APÊNDICE II - TABELAS DE VALIDAÇÃO 61

1 INTRODUÇÃO

De acordo com a Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), através da Norma Brasileira - NBR 14725-1 (2009), resíduo químico consiste em toda substância, mistura ou material proveniente de atuação de origem industrial, comercial, agrícola e serviços de saúde, a ser descartado seguindo a legislação ambiental vigente. O descarte desse material pode acarretar em danos ao meio ambiente, logo a NBR 10.004/2004 define esses resíduos como perigosos, os quais são também conhecidos como Resíduos Classe I, devido apresentarem determinado nível de toxicidade, inflamabilidade, reatividade ou corrosividade (ABNT, 2004).

O crescimento da poluição ambiental é um assunto que está presente em diversos debates. Atualmente, a indústria química faz parte de uma grande parcela das cadeias produtivas e complexos industriais. Com isso torna-se importante definir conceitos e iniciativas industriais e governamentais que auxiliem na instauração da química verde (FARIAS, 2011). A mesma vem com o objetivo de viabilizar os processos e produtos de modo a prevenir ou amenizar o impacto prejudicial provocado ao homem e ao meio-ambiente, agregando a segurança dos processos e amenizando as questões ambientais (AGUIAR, 2014).

O processo industrial deve ser limpo, todavia a quantidade de resíduos gerados pelas indústrias e a capacidade de regeneração do meio ambiente é inversamente proporcional em relação a velocidade e quantitativo, provocando então um desequilíbrio do ambiente natural (HOPPE, 2011).

Em comparação com indústrias químicas, as instituições de ensino possuem pouca gestão de reagentes e resíduos, acarretando em contaminações desnecessárias. Porém, as quantidades de resíduos gerados se tornam insignificantes e, por essa razão, são caracterizadas pelos órgãos de proteção ambiental como estabelecimentos não impactantes. Com isso, há diversas normativas que obrigam os geradores a adotarem procedimentos técnicos específicos para o manejo de resíduos, de forma a garantir a proteção ambiental (DOTANELLI, 2020).

Uma alternativa sustentável para amenizar o descarte inadequado de compostos químicos ao meio ambiente é a revalidação, através do desenvolvimento de novas análises, com o objetivo de validar os parâmetros por meio das normas vigentes (ORIQUI, MORI, WONGTSCHOWSKI, 2014). Sendo bastante vantajoso, pois existe a possibilidade de estender o prazo de utilização do reagente, seguindo os padrões de qualidade e assegurando ao usuário sobre o comportamento do mesmo ao ser utilizado (ORIQUI, MORI, WONGTSCHOWSKI, 2013).

É necessário avaliar o potencial de sucesso através de um manual de revalidação de compostos químicos que estão vencidos ou aqueles que estão na validade e não foram acondicionados ou usados de maneira inadequada (estando sujeitos a contaminação) e certificar que ele possui a mesma funcionalidade de uma outra substância química que esteja dentro do prazo de validade.

A confecção do manual é importante, pois a revalidação certifica que o reagente possua grau de pureza, e que suas propriedades físicas-químicas estão conservadas, e assim seja possível utiliza-lo como matéria prima para aulas experimentais por meio da instituição de ensino. Outra questão é a possível redução do descarte inadequado dessas substâncias sem utilização para o meio ambiente, e diminuir os custos de aquisição de novas substâncias, seguindo as análises que são especificadas de acordo com o manual.

Desta forma, faz-se necessário o controle dos parâmetros dos compostos pertencentes ao laboratório a uma instituição de ensino superior da região de Feira de Santana - BA por meio da revalidação, através da proposta de um manual de controle, acondicionamento e revalidação dos reagentes químicos, sendo estes o ácido tricloroacético, sulfato de sódio e permanganato de potássio, promovendo um destino apropriado de forma sustentável e benéfica ao reduzir custos de aquisição de novos compostos, e seguindo as normas vigentes. O manual de controle consta a metodologia para a realização da revalidação, de forma a ser reproduzida de forma prática, com a vantagem da manipulação de um reagente de maneira segura e sem comprometer a qualidade da análise laboratorial.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Desenvolver de um manual de controle, acondicionamento e revalidação dos reagentes químicos presentes em uma instituição de ensino presente na região de Feira de Santana - BA, proporcionando a reutilização dos reagentes fora do seu prazo de validade de forma segura e sem comprometer a qualidade laboratorial.

2.2 Objetivo específico

- Fazer um levantamento de reagentes químicos do laboratório de saúde da Instituição de Ensino;
- Apresentar a metodologia de revalidação e controle de qualidade do ácido tricloroacético, o sulfato de sódio e o permanganato de potássio;
- Analisar os métodos aplicados para estabilidade do composto químico;
- Confeccionar um manual, o qual consta as análises físico-químicas e de qualidade nos compostos químicos com validade fora do prazo.

3 REVISÃO DE LITERATURA

3.1 Descarte de reagentes químicos

Com o crescimento industrial proveniente do estilo de vida da sociedade, onde a conscientização com o descarte apropriado está sendo mais fomentada, deve haver um gerenciamento dos resíduos, sendo este definido como a junção de ações relacionadas ao meio ambiente, a aspectos sanitários e também econômicos, com a finalidade de ocorrer uma redução ou reaproveitamento dos resíduos (ICLEI, 2017).

Uma quantidade relevante de produtos químicos que conseguiria ser utilizada ou reprocessada em atividades industriais é desperdiçada todos os dias no Brasil, acarretando prejuízos econômicas de origem natural e energética. Um dos fatores causadores de potenciais impactos ambientais negativos é a perda de insumos vencidos, com isso a atenção e preocupação das autoridades ambientais vem tomando destaque acerca do tema (SINPROQUIM, 2021).

Segundo o Art. 21 da resolução 358/2005 do CONAMA - Conselho Nacional do Meio Ambiente, uma possibilidade para aqueles resíduos químicos que não existe a possibilidade de reutilização, recuperação ou recicla-los, é o envio a tratamentos específicos, segundo as características físico-químicas do material, podendo variar a depender de sua composição química, indo desde um sal inofensivo a um composto com propriedades cancerígenas. Deste modo, nota-se a necessidade de acondicioná-los gerando uma destinação final adequada para tais substâncias químicas (CONAMA, 2005).

Em uma instituição de ensino com um grande número cursos ocorre a utilização de variadas classes de reagentes. Partindo desse pressuposto é notável a necessidade de um maior enfoque nos resíduos químicos pois o seu descarte gera uma problemática, por se tratar de substâncias tóxicas que ao serem descartadas de forma incorreta, são extremamente prejudiciais ao meio ambiente e podendo acarretar prejuízos sanitários à população. O reaproveitamento através da revalidação é uma alternativa promissora do ponto de vista ambiental para os reagentes químicos (SANTOS; LIMA, 2019).

3.2 Leis e normas

3.2.1 Código de Defesa do Consumidor

De acordo com a legislação brasileira vigente, através da lei nº 8.078/1990, que estabelece o Código de Defesa do Consumidor, todos os produtos destinados a comercialização, inclusive aqueles que são utilizados exclusivamente pelas indústrias, possuem a obrigatoriedade de constar nos rótulos de seus produtos o prazo até seu vencimento. O mesmo é quem determina o período em que o reagente permanecerá estável em um dado período de tempo, ou seja, a vida útil do item, sendo esta definida através de estudos de estabilidade, os quais os resultados podem variar ao decorrer do tempo ao serem expostos a temperatura, umidade, luz e influências ambientais (BRASIL, 2002).

3.2.2 Resolução RDC nº 157/2002

A Resolução RDC nº 157/2002 também define o prazo de validade como “Tempo durante o qual o produto poderá ser utilizado, caracterizando o período de vida útil e fundamentado em estudos de estabilidade específicos”. Segundo a Organização Mundial de Saúde - OMS (2010) os produtos podem ser revalidados, contanto que a comprovação de seu uso sem alterar os resultados experimentais. Para realizar estudos acerca do tema, a indústria química tem se baseado nas práticas já estabelecidas de indústrias farmacêuticas, onde existe a possibilidade de realizar uma revalidação que sirva como referência e garanta a estabilidade do novo prazo do produto.

3.2.3 NIT/Dicla-035

No Brasil a norma que estipula os princípios de Boas Práticas de laboratório (BPL), é a NIT/Dicla-035 a qual assegura que os reagentes, soluções e produtos químicos necessitam ser rotulados, apontando então o prazo de validade, instruções específicas e a identidade do produto (INMETRO, 2011).

3.2.4 Portaria nº 500/MS/SNVS, de 09 de outubro de 1997

Segundo a Portaria nº 500/MS/SNVS, de 09 de outubro de 1997, “a estabilidade é a capacidade de um produto em manter suas características originais conforme suas especificações de pureza, qualidade, potência e aparência física”, e é pensando na responsabilidade ambiental que indústria química vem pesquisando alternativas que agreguem no equilíbrio da natureza, onde se destaca as pesquisas na área de estabilidade, com a definição segura de prazos de validade e revalidação de produtos.

3.2.5 NBR ISO 9001

A NBR ISO 9001 é uma norma que visa a eficiência de toda a gestão da qualidade, a qual especifica os requisitos mínimos que podem ser usadas pelas organizações com a finalidade de certificação ou fins contratuais, independentemente do tamanho ou produto fornecido. Esta norma dispõe sobre o manual de qualidade, controle de documentos e registros, focando sempre no cliente e na política de qualidade. É responsável por planejar todo o sistema de gestão, auditorias que assegurem que os processos sejam estabelecidos, monitorados e mantidos, garantindo a verificação do produto. O controle da produção e fornecimento, de forma que aconteça a validação do processo, sua rastreabilidade e o controle de medição e monitoramento também é um atributo da ISSO 9001 (ABNT, 2015).

3.3 Alternativas para reutilização de reagentes químicos vencidos

Estudos recentes têm abordado a existência de uma gama de produtos químicos que conseguem conservar as suas propriedades e características após o fim do prazo de validade. Com isso, na intenção de estender o prazo de validade e consequentemente reaproveitar o reagente químico, existe o conceito da revalidação de produtos, focado no desenvolvimento de analises para

verificar a segurança em relação aos parâmetros de qualidade do produto (COELHO, 2016).

3.4 Quimiometria

3.4.1 Definição

Para realizar o procedimento de revalidação, deve-se seguir as técnicas da quimiometria, que possui objetivo de programar e/ou alcançar uma melhoria nos procedimentos e experimentos, extraindo a maior quantidade de informações pertinentes por meio das análises químicas de dados. A quimiometria possui algumas especificidades em seu uso, como por exemplo, possibilitar a definição da concentração existente no composto em uma solução complexa, tal como categorizar as origens das amostras estudadas, além de prever a capacidade do comportamento de um composto químico, e por fim, traz a chance de identificação de possíveis nanoestruturas químicas em um composto orgânico que não se conhece (VARMUZA E FILZMOSER 2009).

3.4.2 Estudos de estabilidade

Com os estudos de estabilidade é possível entender como ocorre a degradação de um produto através dos parâmetros presentes na literatura, e a partir de então relacionar às análises quimiométricas e as análises químicas convencionais para realizar testes de estabilidade. Logo torna-se possível realizar o comparativo dos parâmetros adquiridos nos ensaios e desenvolver uma nova metodologia para que o produto químico seja revalidado (ORIQUI, MORI, WONGTSCHOWSKI, 2014).

3.5 Reagentes Químicos

A pureza dos reagentes é de suma importância para a exatidão necessária em toda análise. Todo produto químico deve estar em concordância com os critérios mínimos definidos pelo Comitê da American Chemical Society (ACS). Os fornecedores normalmente inserem nos rótulos de seus produtos os

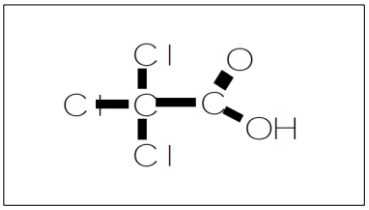
limites máximos e mínimos que são especificados pela ACS ao que se refere ao grau de impureza permitido e a dosagem (ACS, SD).

O instituto Nacional de padrões e tecnologia dos estados Unidos (National Institute of Standards and Technology – NIST) é uma fonte recomendável para os padrões primários e o fornecimento de padrões de referência. Os reagentes devem ser constantemente certificados e inspecionados para que possam responder as condições para seu uso (NIST, SD).

3.5.1 Ácido tricloroacético

Possui a fórmula molecular $C(Cl)_3COOH$. É composto por no mínimo e máximo 98,0% e 100,5%, respectivamente, de ácido tricloroacético, sendo este uma massa cristalina, que apresenta coloração branca ou em forma de cristais incolores que absorvem facilmente umidade, sendo muito solúvel em etanol , cloreto de metileno e água. Sua principal aplicação é na indústria farmacêutica. Na figura 01 podemos visualizar a fórmula estrutural do ácido tricloroacético (BRASIL, 2019).

Figura 01: Fórmula estrutural do ácido tricloroacético.



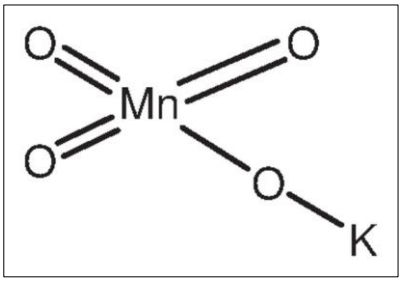
Fonte: Brasil, 2019

3.5.2 Permanganato de potássio

Com a fórmula molecular $KMnO_4$, o permanganato de potássio é composto por no mínimo e no máximo 99,0% e 100,5%, respectivamente, da substância dessecada. Sua forma física se apresenta como cristais violeta escuro com um brilho metal característico, sendo este inodoro, com sabor adocicado, adstringente e inalteráveis ao ar. É um composto solúvel em água tanto fria quanto fervendo, apresentando maior eficácia na dissolução deste último (BRASIL, 2019). É um comumente utilizado na medicina, possuindo função antisséptica com ação contra bactérias e fungos. Também pode ser

usado na forma de oxidante em diversas reações químicas em laboratório e na indústria de desinfetantes e desodorantes, tal como no tratamento da água para torná-la potável e na indústria têxtil. (CARBON & CHEMICALS, S/D). Na figura 02 podemos visualizar a fórmula estrutural do permanganato de potássio.

Figura 02: Fórmula estrutural do permanganato de potássio.

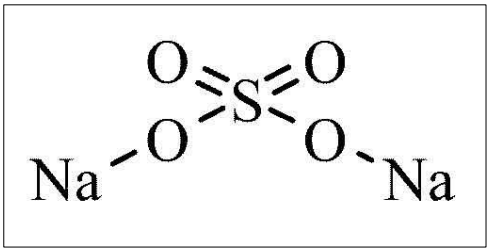


Fonte: FIsher Scientific, 2021.

3.5.3 Sulfato de sódio

Possui fórmula molecular Na_2SO_4. É um sal de sódio derivado do ácido sulfúrico o qual possui no mínimo e no máximo 98,5% e 101%, respectivamente, de sulfato de sódio quando calculado na base anidra. Sua forma física é composta por um pó cristalino de tonalidade branca ou cristais translúcidos e incolores, possuindo um sabor salino com leves traços amargos. Absorve facilmente a umidade do ar (higroscópico) e é facilmente solúvel em água (BRASIL, 2019). Sua principal aplicação é em indústrias de detergentes e afins, pois possui a função de dar maior viscosidade ao produto (QUIMESP QUIMICA, SD). Na figura 03 podemos visualizar a fórmula estrutural do sulfato de sódio.

Figura 03: Fórmula estrutural do sulfato de sódio.



Fonte: Cole-Parmer, 2021.

3.6 Controle, acondicionamento e manuseio

O controle de reagentes é uma temática muito importante, onde é necessário a observação da quantidade em estoque. Outro fator que requer atenção é o acondicionamento, pois as salas de armazenamento precisam ser muito bem planejadas, já que estocarão a maioria dessas substâncias. Elas devem ter prateleiras largas e seguras, com boa circulação de ar. Além disso, é necessária uma instalação elétrica que seja à prova de explosão para a segurança do local. O seu manuseio em excesso causa uma exposição desnecessária dos usuários a esse tipo de produto (MARIANO, 2012).

3.6.1 Ácido tricloroacético

O manuseio do ácido tricloroacético deve ser cauteloso, podendo causar toxicidade, corrosão cutânea, lesões oculares graves, queimaduras na pele e irritação das vias respiratórias, consequentemente não é recomendado respirar o pó ou a névoa formada por possíveis reações químicas. A assepsia da pele após utilização requer bastante atenção, utilizando-se sempre luvas de proteção, jaleco, óculos e máscara. Seu armazenamento deve ser em um local bem ventilado, devendo ser mantido em um recipiente fechado, com temperatura recomendada de 2.8°C à 7.3 ºC (DINÂMICA, 2020).

3.6.2 Permanganato de potássio

O reagente precisa ser conservado em recipiente hermético e protegido do calor e umidade, com armazenamento em local com ventilação em abundância, afastado do calor e de roupa/matérias combustíveis. É recomendado que sua conservação ocorra em frascos com boa vedação, sendo estes do tipo âmbar. Por ser um oxidante energético, é necessário armazena-lo longe de materiais oxidáveis ou substâncias orgânicas, visto que, apresenta risco de explosão quando exposto aos mesmos, redobrando atenção ao utiliza-lo para não misturar com combustíveis, mantendo-o afastado de qualquer chama ou fonte de ignição e tomar medidas para impedir a formação de eletricidade estática. É recomendável não respirar as poeiras ou as névoas resultantes de possíveis reações químicas, e após o seu uso é preciso sempre ter atenção, fazendo a assepsia da pele cuidadosamente após o manuseamento, fazendo

uso de EPI’s como: luvas de proteção, jaleco, óculos e máscara (DINÂMICA, 2020).

3.6.3 Sulfato de sódio

Não é uma substância ou uma mistura perigosa, porém deve-se ter cuidado ao utiliza-lo, evitando a formação de poeira ou respirar o vapor, névoa ou gás que pode se formar ao reagir com outras substâncias. Logo, procurar adequar a ventilação em ambientes que possam poeiras formar poeiras. É recomendado seu manuseio em uma área ventilada ou com sistema geral de ventilação ou exaustão local, impedindo o contato com materiais incompatíveis. Para uma utilização segura é importante usar equipamento de proteção individual. Seu armazenamento deve ser em local ventilado e protegido do calor, com temperatura máxima de 35ºC. Guardar em recipiente herméticamente fechado em lugar seco e bem ventilado (DINÂMICA,2020).

4 METODOLOGIA

Esse trabalho trata-se uma pesquisa experimental de caráter qualitativo e quantitativo, realizado a partir de levantamentos bibliográfico e experimentais. Tem por objetivo confeccionar um manual de controle, acondicionamento e revalidação de reagentes químicos do laboratório de uma faculdade de ensino da região de Feira de Santana – BA, para que possam ser reutilizados com segurança fora do seu prazo de validade e sem redução da qualidade laboratorial. Segundo Gil (2018) o estudo experimental caracteriza-se pela clareza, precisão e moderação, sendo que este frequentemente envolve uma única hipótese, onde deve-se determinar o objetivo e desmontar o problema de maneira clara, precisa e objetiva, com as possíveis variáveis para então analisar e interpretar os dados obtidos.

A base de dados online selecionada como alicerce na revisão de literatura foi a *Scientific Electronic Library Online* - SciELO, Google Acadêmico, Portal de Periódicos da Capes e Literatura Latino-americana e do Caribe em Ciências da Saúde - LILACS. A pesquisa foi efetuada com base no parâmetro de trabalhos científicos publicados nos últimos dez anos, e seguindo as normas vigentes independe da data, possibilitando a utilização de dados atualizados ao que se refere a estudos e experiências desenvolvidos na área de revalidação, manuseio e armazenamento de reagentes químicos.

A metodologia foi construída seguindo uma ordem cronológica necessária para execução do trabalho, sendo o processo inicial um levantamento bibliográfico, seguido da listagem dos reagentes químicos existentes no laboratório da instituição de ensino (ANEXO I), reagentes dentro e fora do prazo de validade. O manual de controle, acondicionamento e revalidação de reagentes químicos foi elaborado após a seleção de quais reagentes se enquadrariam neste estudo, coletando os dados necessários e analisando informações padrão contidas na literatura, sendo a principal fonte para a escolha da metodologia de revalidação a farmacopeia brasileira, de forma a certificar e validar o manual.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

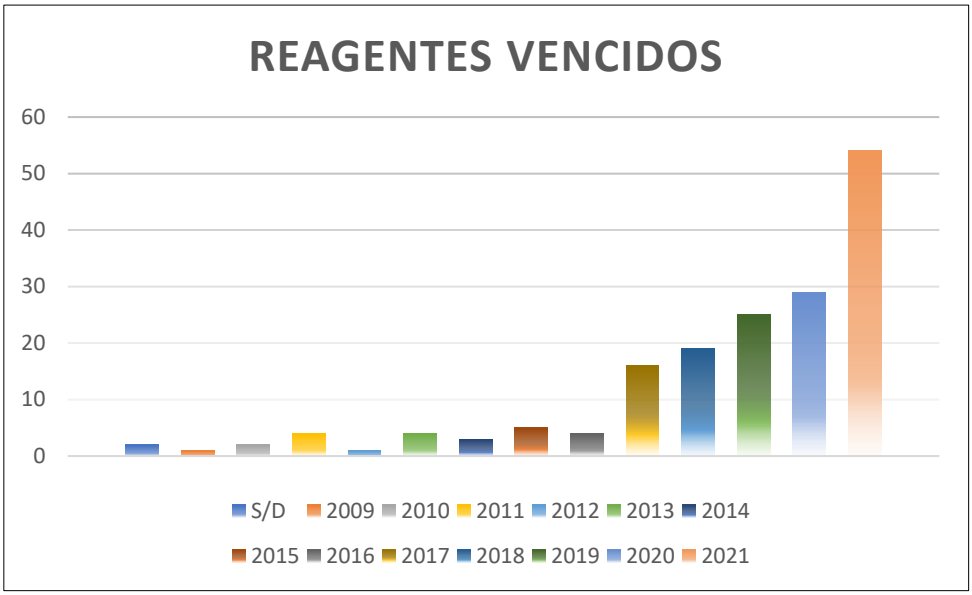
Ao escolher o tema referente a revalidação de reagentes químicos, o primeiro passo realizado foi um levantamento quantitativo e qualitativo de reagentes pertencentes ao laboratório de saúde da Instituição de Ensino Superior da região de Feira de Santana, onde foi listado a quantidade de 276 substâncias, sendo 103 dentro do prazo de validade e 169 vencidos. Dos 169 reagentes químicos, tem-se 114 tipos diferentes, pois alguns deles se repetem. Os gráficos a seguir descrevem a quantidade de substâncias em relação ao seu ano de vencimento. Na figura 04 pode-se visualizar que o ano que possui o maior quantitativo de substâncias dentro do prazo de validade é 2022 com 48 reagentes químicos, seguido de 2023, 2024, 2025 e 2026, com a quantidade respectiva de 35, 14, 05 e 01 reagentes.

Figura 04 - Relação de quantidade de reagentes dentro do prazo de validade.

Fonte: Autoral, 2021

Na figura 05 é apresentado a relação dos reagentes que se encontram fora do prazo de validade. O laboratório da instituição possui 24 reagentes com vencimento entre os anos de 2009 a 2016. E nos anos de 2017 a 2021 possuem um número mais expressivo com relação aos reagentes vencidos. É importante ressaltar que foram encontrados dois reagentes que no rótulo não consta a validade.

Figura 05 - Relação de quantidade de reagentes vencidos.



Fonte: Autoral, 2021

Na tabela 01 é necessário evidenciar a quantidade de substâncias com prazo de validade para o ano de 2022, pois esses compostos possuem data de vencimento que está chegando no limite, podendo ser esses os próximos a serem revalidados seguindo o manual.

Com o levantamento bibliográfico realizado em busca da metodologia para executar a revalidação dos reagentes químicos vencidos na instituição em questão, encontrou-se a farmacopeia brasileira como fonte mais segura e detalhada. Nela não consta a metodologia para os 114 reagentes que estão fora do prazo de validade, o que limitou a quantidade de reagentes em 28, aos quais se tem acesso aos procedimentos necessário para revalidação. A figura 06 demonstra a relação da quantidade total de reagentes e a quantidade de metodologia encontrada.

Tabela 01 – Relação entre quantidade de reagentes com vencimento para o ano de 2022.

Reagentes com vencimento para o ano de 2022	
Meses	Quantidade
Jan.	17
Fev.	11
Mar.	2
Abr.	-
Mai.	3
Jun.	2
Jul.	9
Ago.	2
Set.	-
Out.	-
Nov.	-
Dez.	2
Total	**48**

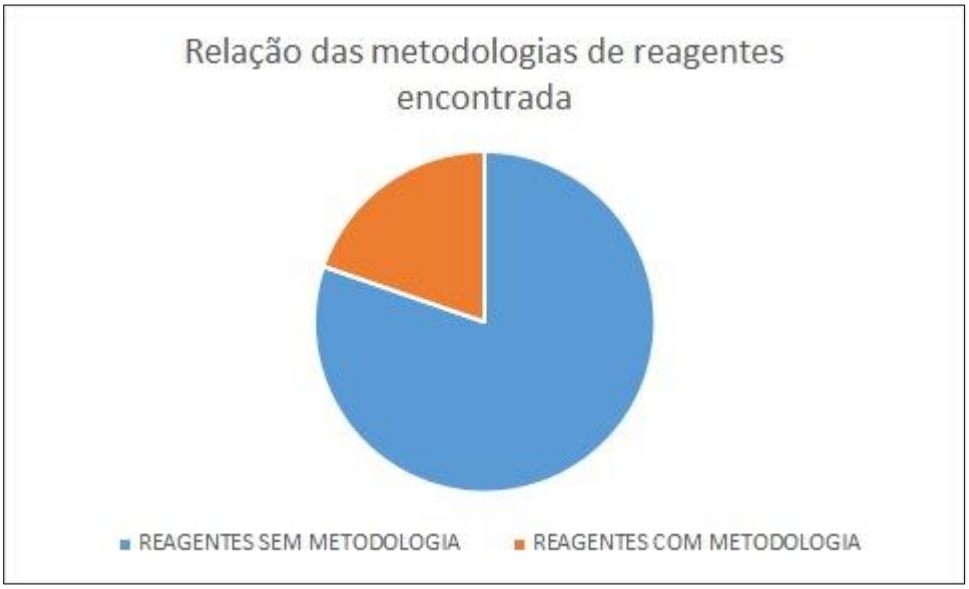
Fonte: Autoral, 2021

Após um estudo detalhado das normas e procedimentos operacionais aplicados na revalidação de reagentes, notou-se que a maioria dos métodos considera o uso de equipamentos de alto custo de aquisição e utilização de reagentes em procedimentos laboratoriais, inviabilizando a aplicação de tais procedimentos em um laboratório de pequeno/médio porte. Assim, foi realizada uma nova pesquisa com o objetivo de encontrar métodos alternativos que solucionassem esse problema e viabilizassem o controle de qualidade eficaz com baixo custo. Com isso, foi organizado um manual com práticas que atendem os requisitos necessários de controle, acondicionamento e revalidação para o ácido tricloroacético, o sulfato de sódio e o permanganato de potássio com baixo custo de investimento (ANEXO II).

Com o intuito de realizar os testes referentes ao controle de qualidade de reagentes químicos na instituição de ensino superior, notou-se a necessidade da criação de um manual com métodos que sejam capazes de determinar os

parâmetros de estabilidade e pureza através de análises físico-químicos do ácido tricloroácetico, sulfato de sódio e o permanganato de potássio. Nessas análises são abordadas técnicas como a Gravimetria, a Titulometria, pHmetria, entre outros, que são mais simples e que podem substituir as análises normalmente encontradas em artigos científicos. Sabendo-se da importância deste manual, uma vez que ele se caracteriza como o resultado principal deste trabalho, visa-se, a sua utilização de maneira prática e rápida no laboratório da instituição de ensino. Este manual foi acrescentado no ANEXO II, em um formato que permite a sua impressão direta para o uso cotidiano.

Figura 06 – Relação de metodologias de reagentes encontradas.



Fonte: Autoral, 2021

Os métodos considerados no Manual (ANEXO II) seguem apresentados abaixo.

5.1 Manual de controle, acondicionamento e revalidação de reagentes químicos

Para se alcançar os objetivos apresentados nesse manual, deve-se realizar algumas análises físico-químicas para garantir a qualidade dos reagentes químicos. Os procedimentos analíticos realizados visam utilizar métodos que não demandassem a aquisição de equipamentos de alto custo que possam interferir na execução da revalidação. Assim o manual de controle, acondicionamento e revalidação traz na sequência algumas técnicas e

procedimentos das análises que são fundamentais para seu uso correto sem interferir na exatidão dos resultados. Com isso, utiliza-se como referência os métodos descritos na Farmacopéia Brasileira - volume 2. 5ª ed e volume 1. 6ª ed. Salientando que os procedimentos devem ser realizados em triplicata.

5.1.1 Ensaios físico-químicos do ácido tricloroacético

a) Identificação:

- Separar 0,5 mL que se obteve durante o ensaio limite para cloretos (APENCE 1);
- Aferir o pH utilizando do equipamento adequado (pHmetro). A solução resultante do Ensaio limite para cloretos (APÊNDICE I) é fortemente ácida;
- Adicionar 5 mL da solução a qual se conhece o valor, sendo esta concentrada, de hidróxido de sódio SR e 2 mL de piridina;
- Agitar freneticamente e aquecer utilizando o banho-maria a uma temperatura entre 60-70°C por um período de 5 minutos;
- A fase superior deve apresentar coloração vermelha intensa.

b) Ensaios de pureza

-Cloretos

- Dissolver 2,5 g do ácido tricloroacétio em água destilada e completar para 25 mL utilizando novamente água destilada;
- Pipetar 5 mL da solução e ir adicionando água destilada aos poucos até completar 15mL;
- A solução deve atender os requisitos necessários do ensaio limite para cloretos (APÊNDICE I). No máximo, 0,01% (100ppm).

-Cinzas sulfatadas

- A determinação de cinzas sulfatadas (APÊNDICE I) deve ser no máximo, 0,1% em 1,0 g do ácido tricloroacético.

c) Doseamento

- Dissolver 0,1 g de ácido tricloroacético em 20 mL da água destilada;
- Realizar a titular com a base hidróxido de sódio 0,1 *M* SV, com o indicador a fenolftaleína SV;
- Neste caso 1 mL de hidróxido de sódio o,1 *M* SV equivale a 16,339 mg de $C(Cl)_3COOH$.

5.1.2 Ensaios físico-químicos do permanganato de potássio

a) Identificação

- Dissolver 50 mg de permanganato de potássio em 5 mL de água destilada;
- Acrescentar 0,3 mL de hidróxido de sódio SR e 1 mL de etanol. A solução deverá desenvolver a coloração verde;
- Aquecer até ebulição. Formará um precipitado castanho escuro;
- Reservar e identificar com o piloto como “teste A”;
- Deverá responder às reações do íon permanganato (APENDICE I);
- Filtrar a solução obtida no teste A.;
- O filtrado corresponde às reações do íon potássio (APÊNDICE I).

b) Ensaio de pureza

- Aspecto da solução

- Pesar 0,75 g de permanganato de potássio;
- Dissolver em 25 mL de água destilada e acrescentar 3 mL de etanol;
- Aquecer por um período de 2 minutos;
- Esperar esfriar, e adicionar água aos poucos até completar 30 mL, e logo após filtrar;

- A solução obtida deverá ser incolor.

-Substâncias insolúveis na água

- Pesar 0,5 g de permanganato de potássio;
- Dissolver, sob aquecimento em um 50 mL de água destilada;
- Filtrar utilizando um filtro vidro de média porosidade, previamente tarado, no qual deve ser lavado com água destilada, até conseguir um filtrado incolor;
- Separar o resíduo obtido da filtração e leva-lo a uma estufa, com temperatura de 102,5 ± 2,5 °C para secar;
- A massa obtida do resíduo seco não poderá ser superior a 5 mg ou seja 1,0%.

-Cloretos

- Separar 10 mL da solução resultante do Aspecto da solução, e completar o volume para 15 mL com água destilada;
- Deverá apresentar no máximo 0,02% (200 ppm) de cloretos (APÊNDICE I).

-Sulfatos

- Separar 12 mL da solução que resultou do Aspecto da solução, e completar o volume para 15 mL com água;
- Deverá apresentar no máximo 0,05% (500 ppm) de sulfatos (APÊNDICE I).

-Perda por dessecação

- PESAR 1 g de permanganato de potássio
- Dessecar com pressão diminuída, utilizando sílica-gel, por 18 horas;
- Deverá apresentar no máximo 0,05% de perda de componentes voláteis (APÊNDICE I).

c) Doseamento

- Pesar 0,125 g de permanganato de potássio e diluir em 25 mL de água destilada;
- Preparar uma solução com antecedência contendo ácido oxálico 0,05 *M* SV 2 mL, ácido sulfúrico e 5 mL de água destilada e 50 mL;
- Aquecer a mistura até uma temperatura aproximada aproximadamente de 80 ºC;
- Realizar uma titulação no excesso de ácido oxálico, utilizando o permanganato de potássio 0,02 *M* SV, para que se produza coloração rosa clara, onde deverá permanecer por um período de 15 segundos;
- Cada mL de ácido oxálico 0,05 M SV equivale a 3,161 mg de $KMnO_4$.

5.1.3 Ensaios físico-químicos do sulfato de sódio

a) Identificação
    - Uma solução 1:20 corresponde ao teste para o íon sulfato (APENDICE I);
    - Uma solução 1:20 responde ao teste para o íon sódio (APENDICE I).

b) Ensaio de pureza

- Acidez e alcalin

- Pesar 1 g e diluir em 10 mL de sulfato de sódio. Após a sua omplexa dissolução, a qual deve conter 1 g do reagente sulfato de sódio) em 30 mL em 20 mL de água destilada;
- Adicionar a solução e o indicador azul de bromotimol (umas gota);

-Cloreto

- Deve conter no máximo 0,02% (200 ppm) de cloretos (APENDICE I).

-Metais pesados

- Em 10 mL de água deve-se dissolver 2 g de sulfato de sódio em 10 mL de água destilada;
- Adicionar 2 mL de ácido clorídrico 0,1 *M* e adicionar água destilada até completar o volume para 25 mL;
- Deve conter no máximo 0,001% (10ppm) de partículas sólidas do sulfeto de metais pesados (APENDICE I).

-Perda por dessecação

- Dessecar a um a temperatura de 105 °C por cerca de 4 horas;
- Para a forma decaidratada, a perda deverá estar compreendida entre 51 e 57%;
- Para a forma anidra, a perda deverá estar compreendida em no máximo 0,5%.

c) Doseamento

- Em 200 mL de água dissolver 0,4 g de sulfato de sódio e acrescentar e acrescentar 1 mL de ácido clorídrico;
- Aquecer até ebulição e, aos poucos, acrescentar cerca de 8 mL, com agitação permanente, de uma solução em excesso de cloreto de bário;
- Aquecer a solução em banho-maria por um período de uma hora 1 hora;
- Esperar decantar e filtrar o precipitado;
- Lavar com água destilada até que o resultado da lavagem esteja livre de cloretos.
- Secar, calcinar e pesar;
- A massa de sulfato de bário obtida multiplicado por 0,6086 representa o equivalente de Na_2SO_4.

5.2 Validação

Para que a revalidação ocorra de forma correta é necessário entrar em contato com o fornecedor, após a realização de todas as análises de pureza deve-se tabelar todos os dados obtidos e informações sobre o reagente. O fornecedor irá informar os parâmetros de referência para o reagente em questão, analisar se o produto está em condições de utilização após o vencimento inicialmente definido, e a partir de então estender o prazo de validade, com rótulo que conste as novas especificações e prazo de validade. O APÊNDICE II traz um modelo de informações que devem ser tabeladas.

6 CONCLUSÃO

Considerando-se os resultados obtidos, vale ressaltar que o presente trabalho através da confecção do manual de controle, acondicionamento, e revalidação contribui para diminuição da quantidade de reagentes que seriam descartados no laboratório da instituição de ensino superior da região de Feira de Santana - BA, utilizando de métodos simplificados e que são possíveis de serem realizados, proporcionando a utilização de reagentes revalidados de forma segura e por um prazo maior em aulas práticas, reduzindo o custo de aquisição dos mesmos.

O manual do controle de qualidade irá auxiliar no gerenciamento rigoroso dos parâmetros que as leis vigentes requerem, trazendo ao meio ambiente progressos positivos através da reutilização de reagentes químicos, que demandam atenção adequada de pessoas habilitadas que desempenham funções referentes a química ambiental e seus variados outros meios que tem por objetivo a preservação do meio ambiental. Além de contribuir para a comunidade desempenhando atividades complexas que os setores químicos requerem, com soluções limpas para corrigir problemas de empresas que não possuem tecnologias modernas.

REFERÊNCIAS

ABNT, ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS**. NBR 14725-1.** Produtos químicos — Informações sobre segurança, saúde e meio ambiente. Rio de Janeiro – RJ: ABNT, 2009. Janeiro.

ABNT, ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 10004:** Resíduos sólidos – Classificação. Rio de Janeiro – RJ: ABNT, 2004. Maio.

ABNT, 2015. **Sistema de gestão da qualidade- requisitos. ISSO 9001** Rio de Janeiro, 2015.

ACS, Comitê da American Chemical Society. **Seleção e manuseio de reagentes e produtos químicos.** Washington – USA, SD.

AGUIAR, Eduardo F. Sousa-Aguiar. **Química Verde: A evolução de um conceito.** Química Nova, Vol. 37, nº. 7, 2014.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Resolução - RDC nº 157, de 31 de maio de 2002.** Diário Oficial da União, Brasília, DF, 07 Jun. 2002.

BRASIL. Lei nº 8.078, de 11 de setembro de 1990. **Diário Oficial da União.** Brasília, DF, 12 Set. 1990.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Farmacopéia Brasileira** -volume 2. 5ª ed. Brasília, 2010b.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Farmacopéia Brasileira** – Volume 1.6ª ed. Brasília, 2019.

CARBON & CHEMICALS**. PERMANGANATO DE POTÁSSIO.** S/D.

COELHO, Marisa Sequeira. **Revalidação e extensão de prazos de validade de produtos semi-acabados.** Universidade de Nova Lisboa. 2016.

COLE-PARMER. Na antylia scientifiv company. **Sulfato de sódio, cristalino, anidro pa.**

CONAMA. **Resolução Nº 358.** de 29 de abr. de 2005. Dispõe sobre o tratamento e a disposição final dos resíduos dos serviços de saúde e dá outras providências. Brasília. 2005.

DINÂMICA. **FISPQ.** Ficha de informações de seguranças de produtos químicos. Ácido tricloroácetico. Versão 2.0. 2020.

DINÂMICA. **FISPQ**. Ficha de informações de seguranças de produtos químicos. Permanganato de potássio. Versão 3.0. 2020.

DINÂMICA. **FISPQ.** Ficha de informações de seguranças de produtos químicos. Sulfato de sódio. Versão 2.0. 2020.

DONATELLI, H. F. **Implantação de sistema de gestão de reagentes e resíduos químicos em laboratórios universitários.** V. 11, N. 1, P. 124-131, jan-jun/2020. Taubaté, SP, Brasil.

FARIAS, L. A; FÁVARO, D. I. T. **Vinte anos de química verde: conquistas e desafios.** Quim. Nova, Vol. 34, No. 6, 1089-1093, 2011.

FISHER SCIENTIFIC. **Thermo Scientific, Permanganato de potássio, ACROS Organics.** S/D

GIL, Antonio Carlos. **Como elaborar projetos de pesquisa**. São Paulo: Editora Atlas Ltda., 6ª ed., 2018.

HOPPE, T. R. G. **Contaminação Do Meio Ambiente Pelo Descarte Inadequado De Medicamentos Vencidos Ou Não Utilizados**. Agudo – RS. 2011.

ICLEI - Governos Locais pela Sustentabilidade. **Resíduos Sólidos - Resíduos: Apoiando a gestão local de resíduos**. S/D

INMETRO – Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia. NIT/DICLA035. **Princípios das boas práticas de laboratório - BPL.** Rio de Janeiro, INMETRO, 2011.

MARIANO, A.B. et al. Guia de Laboratório para o Ensino de Química: Instalação, montagem e operação. Conselho Regional de Química – IV Região, São Paulo, 2012, 40 p.

QUIMESP QUÍMICA. Sulfato de sódio anidro. SD. https://www.quimesp.com.br/sulfato-de-sodio-anidro.php

MS, 1997 – **Portaria No 500/MS/SNVS**. 09 de outubro de 1997. Disponível em http://www.cff.org.br/userfiles/file/portarias/500.pdf, e acesso em 20 de abril de 2014.

NIST - National Institute of Standards and Technology. **Seleção e manuseio de reagentes e produtos químicos.** SD.

OMS. **Relatório nº 44, Anexo 1 da Série de Informes Técnicos da OMS**, nº 957. 2010. Boas práticas da OMS para laboratórios de controle de qualidade de produtos farmacêuticos. Brasília, OMS, 2010.

ORIQUI. L. R; MORI, M; WONGTSCHOWSKI, P. **Definição De Prazo De Validade E Revalidação De Produtos Químicos. COBEC.** Florianopolis - SC. 2014. Disponível em: <1939-16775-178826.pdf>. Acesso em 29 de setembro de 2021.

ORIQUI. L. R; MORI, M; WONGTSCHOWSKI, P. **Guia Para A Determinação Da Estabilidade De Produtos Químicos.** Quim. Nova, Vol. 36, No. 2, 340-347, 2013.

SANTOS, Kamila Carvalho; LIMA, Ângela Maria Ferreira. **Gestão Ambiental de Resídos Químicos e Copos Plásticos em uma Indústria de Ensino.** Brazilian Journal of Development. V. 5, n. 11, 2019.

SINOPROQUIM**. Revalidação ou reteste de produtos químicos. O que é mais viável para o setor?**. SD.

VARMUZA, K; FILZMOSER, P. **Introduction to Multivariate Statiscal Analysis in Chemometrics**, CRC Press – Taylor & Francis Group. 2009. P- 321.

ANEXO I – LISTA DE REAGENTES

Substância dentro do prazo de validade		
Bicarbonato de sódio	Ácido clorídrico	Acetato de etila puríssimo
Proprilenoglicol-1,2	Ácido sulfúrico	Vaselina liquida
Éter de petróleo	Acetona	Glicerina
Éter etílico	Ciclohexano	Anidro acético
Glicerina	1,2-propilenoglicol	Verde de bromocresol
Ácido sulfúrico	Parafina para histologia	Cloreto de sódio
Álcool metílico	Ácido bórico	Beladona 3dh
Vaselina líquida	Glicerina	Azul de timol
Éter de petróleo	Silicato de metila	Ácido l(+) tartárico
Formaldeído	Glicerina	Álcool butílico normal
Orceína	Vaselina líquida	Álcool metílico
Acetato de etila puríssima	Formaldeído	Fenol cristal
Formaldeído	Cânfora	Cloreto de sódio cristal
Cloreto de magnésio	Cloreto de estrôncio	8-hidroxiquinolina
Permanganato de potássio	D-sorbitol	Proprilenoglicol-1,2
Cloreto de potássio	Tártaro de sódio e potássio	1,2-proprilenoglicol
Cloreto de estrôncio	Sulfato de cobre	Fenol cristal
Iodeto de potássio	Enxofre em pó	Glicerina bidestilada
Alaranjado de metila	Bicarbonato de sódio	Sulfato de cobre II
Iodeto de potássio	Cobre metálico em pó	Nitrato de aluminio
Iodo	Alantoína	Talco
Acetato de zinco	Ureia	1,2-propilenoglicol
Verde de bromocresol	Cloreto de mercúrio II	Álcool etílico
Hidróxido de sódio microperolas	Citrato de sódio tribasico hidratado	Mentol
Preto de eriocromo	Lauril éter sulfato de sódio	Preto de eriocromo

8-hidroxiquinolina	Mobilidato de amônio	8-hidroxiquinolina
Azul de timol	Verde brilhante	Azul de timol
Ácido salicílico	Álcool de cereais	Ácido salicílico
Hidróxido de potássio (lentilhas)	Óxido de zinco	Hidróxido de potássio (lentilhas)
Álcool benzílico	Éter de petróleo	Álcool benzílico
Azul de metileno	Álcool etílico absoluto	Preto de eriocromo
Tiossulfato de cobre	Álcool etílico	8-hidroxiquinolina
Oxido de zinco	Vaselina	Propilenoglicol
Cloreto de lítio	Acetato de sódio	Ácido salicílico
Lanolina anidra	Álcool etílico	Hidróxido de potássio (lentilhas)
Sulfato de cobre III	Bicarbonato de sódio	Álcool benzílico

Substância fora do prazo de validade		
Zinco granulado	Iodo	Resorcina
Magnésio em rapas	Cânfora	Tioacetamida
Ácido ascórbico	Sacarina sódica	Permanganato de potássio
Cloreto de amônio	Selênio em pó	Cloreto de sódio
Ácido oxálico desidratado	Nipazol	D(+) sacarose
Cloreto de potássio	Tetracloreto de carbono	Dicromato de potássio
Sulfato de potássio	Sulfato de sódio anidro	Óxido de cálcio
Fenolftaleína	D(+) galactose	Acetato de chumbo ii neutro
Azul de metileno alcoólico	Ácido cítrico	Resorcina
Ureia	Selênio em pó	Solução iodo 1%
Vermelho de metila	Biftalato de potássio	Iodeto de potássio

Nitrato de sódio	Vermelho de metila	Éter etílico
Cálcio cloreto dihidratado	Nitrato de cobre II	Fehling “a”
Álcool metílico	Sulfato de ferro II	Solução hidróxido de sódio
Nitrato de prata	Hidróxido de alumínio (puríssimo)	Reativo de imbert
Carbonato de cálcio	Ureia	Solução alfa naftol 5%
Esta 5% - ácido edilendiaminotetracetico	Óxido de cálcio	Éter etílico 9,9%
Hidróxido de potássio	Sulfato de amônio	Reativo de dragendorff
Ácido acético glacial	Eosina azul de metileno	Propilenoglicol
Ácido sulfúrico	Ácido acético glacial	Ácido bórico
Bicarbonato de sódio	Lanilina anidra	Ácido benzóico
Sulfato de cobre II pentahidratado	Solução tampão (13,00 +- 0,02)	Carboximetil celulose sal sódico
Sulfato de potássio anidro	Solução tampão (7,00 +- 0,02)	Ácido clorídrico 37%
D(+) maltose	Solução tampão (14,00 +- 0,02)	Ciclohexano
	Mentol	Oxido de zinco
Hidróxido de amônio	Brometo de potássio	D-fructose
D(+) maltose	Ácido sulfúrico	Sulfato de amônio
Ureia	Álcool etílico	Azul de bromofenol
Ureia	Solução tampão (4,00 +- 0,02)	Óxido de zinco
1-(alfa) naftol solução 5%	Nitrato de alumínio	Sulfato de sódio sol. 27%
Dietalonamina	Trietanolamina	Óxido de zinco

Oxido de cálcio	Cânfora	Butil hidroxitolueno
Fosfato de sódio tribasico	Ácido bórico	Alaranjado de metila
Solução dornik alcalina	Tween 20	Cloreto de ferro III
Fehling “a”	Alumínio puríssimo	Zinco metálico em pó
Glicerina - glicerol	Lauril sulfato de sódio	Soda cáustica
Fehling “b”	Acido salicílico	Óxido de zinco
Cloreto de ferro III hexahidratado	Goma arábica em pó pura	Acetato de zinco
Tetraborato de sódio	Água oxigenada	Ácido de benzoico
Metabissulfito de sódio	Ácido salicílico	Acetato de sódio trihidratado
Glicerina	Ácido salicílico	Ciclamato de sódio
Dextrose anidra (glucose)	Carbonato de sódio anidro	Nipagin
Cloreto de bário	Citrato de sódio tribasico	Cloreto de cobalto II
Nitrato de prata	Solução peróxido de hidrogênio 10 volumes	Tioacetamida
Sílica em gel	Carbonato de cálcio	Álcool etílico hexadecal-1
Fehling “b”	Ácido 2(+) tartárico	Clorofórmio
Iodeto de potássio	Álcool etílico	Álcool amÍlico normal
Hidróxido de cálcio	Solução peróxido de hidrogênio 10 volumes	Álcool de cereais
Cromato de potássio	Carbonato de cálcio	Solução tampão (11,00 +- 0,02)
Cloreto de cálcio	Carbonato de sódio anidro	Solução tampão (9,00 +- 0,02)

Solução de iodo 1%	Nipagin	Solução tampão (2,00 +- 0,02)
Ácido oxálico	Ciclamato de sódio	Solução tampão (11,00 +- 0,02)
Ácido l(+) tartárico	Zinco metálico em pó	Solução tampão (1,00 +- 0,02)
Solução sorbitol 70%	Nitrato de chumbo II	Lauril sulfato de sódio
Carbopol	Silicato de sódio	Selênio
Iodeto de potássio	Selênio	Cânfora
Hidróxido de cálcio	Cânfora	Cloreto de ferro iii
Ácido tricloroacético	Cloreto de ferro iii	D(+) sacarose
Ácido cítrico monohidratado	Silicato de sódio	Iodeto de potássio
Silicato de sódio	Selênio	Hidróxido de cálcio
Nitrato de sódio	Cânfora	Ácido tricloroacético
Estearato de magnésio	Cloreto de ferro III	Ácido cítrico monohidratado
Digluconato de claroxidina solução 20%	Acetato de cobre II	Ácido clorídrico
Ácido 2(+) tartárico	Éter etílico	

ANEXO II – MANUAL DE CONTROLE, ACONDIONAMENTO E REVALIDAÇÃO DE REAGENTES QUÍMICOS

Manual de Controle, Acondicionamento e Revalidação de Reagentes

2021

Manual de Controle, Acondicionamento e Revalidação de Reagente

Louise Lourrana Vieira de Freitas Santos
Maria Iracema Barbosa Peixinho

2021

INTRODUÇÃO

Para se alcançar os objetivos apresentados nesse manual, deve-se realizar algumas análises físico-químicas para garantir a qualidade dos reagentes químicos. Os procedimentos analíticos realizados visam utilizar métodos que não demandassem a aquisição de equipamentos de alto custo que possam interferir na execução da revalidação. Assim o manual de controle, acondicionamento e revalidação traz na sequência algumas técnicas e procedimentos das análises que são fundamentais para seu uso correto sem interferir na exatidão dos resultados. Com isso, utiliza-se como referência os métodos descritos na Farmacopéia Brasileira - volume 2. 5ª ed e volume 1. 6ª ed. Salientando que os procedimentos devem ser realizados em triplicata.

CONTROLE, ACONDICIONAMENTO E MANUSEIO

O controle de reagentes é uma temática muito importante, onde é necessário a observação da quantidade em estoque. Outro fator que requer atenção é o acondicionamento, pois as salas de armazenamento precisam ser muito bem planejadas, já que estocarão a maioria dessas substâncias. Elas devem ter prateleiras largas e seguras, devem ser ventiladas e ter um bom sistema de exaustão. Além disso, é necessária uma instalação elétrica que seja à prova de explosão para a segurança do local. O seu manuseio em excesso causa uma exposição desnecessária dos usuários a esse tipo de produto (MARIANO, 2012).

1. Ácido tricloroacético

O manuseio do ácido tricloroacético deve ser cauteloso, podendo causar toxicidade, corrosão cutânea, lesões oculares graves, queimaduras na pele e irritação das vias respiratórias, consequentemente não é recomendado respirar o pó ou a névoa formada por possíveis reações químicas. A assepsia da pele após utilização requer bastante atenção, utilizando-se sempre luvas de proteção,

jaleco, óculos e máscara. Seu armazenamento deve ser em um local bem ventilado, devendo ser mantido em um recipiente fechado, com temperatura recomendada de 2.8°C à 7.3 ºC (DINÂMICA, 2020).

2. Permanganato de potássio

O reagente precisa ser conservado em recipiente hermético e protegido do calor e umidade, com armazenamento em local com ventilação em abundância, afastado do calor e de roupa/matérias combustíveis. É recomendado que sua conservação ocorra em recipientes bem fechados e protegidos da luz. Por ser um oxidante energético, é necessário armazena-lo longe de materiais oxidáveis ou substâncias orgânicas, visto que, apresenta risco de explosão quando exposto aos mesmos, redobrando atenção ao utiliza-lo para não misturar com combustíveis, mantendo-o afastado de qualquer chama ou fonte de ignição e tomar medidas para impedir a formação de eletricidade estática. É recomendável não respirar as poeiras ou as névoas resultantes de possíveis reações químicas, e após o seu uso é preciso sempre ter atenção, fazendo a assepsia da pele cuidadosamente após o manuseamento, fazendo uso de EPI's como: luvas de proteção, jaleco, óculos e máscara (DINÂMICA, 2020).

3. Sulfato de sódio

Não é uma substância ou uma mistura perigosa, porém deve-se ter cuidado ao utiliza-lo, evitando a formação de poeira ou respirar o vapor, névoa ou gás que pode se formar ao reagir com outras substâncias. Logo, procurar adequar a ventilação em ambientes que possam poeiras formar poeiras. É recomendado seu manuseio em uma área ventilada ou com sistema geral de ventilação ou exaustão local, impedindo o contato com materiais incompatíveis. Para uma utilização segura é importante usar equipamento de proteção individual. Seu armazenamento deve ser em local ventilado e protegido do calor,

com temperatura máxima de 35ºC. Guardar em recipiente herméticamente fechado em lugar seco e bem ventilado (DINÂMICA,2020).

ENSAIOS FÍSICO-QUÍMICOS DO ÁCIDO TRICLOROACÉTICO

a) Identificação:

- Separar 0,5 mL que se obteve durante o ensaio limite para cloretos (APENCE 1);
- Aferir o pH utilizando do equipamento adequado (pHmetro). A solução resultante do Ensaio limite para cloretos (APÊNDICE I) é fortemente ácida;
- Adicionar 5 mL da solução a qual se conhece o valor, sendo esta concentrada, de hidróxido de sódio SR e 2 mL de piridina;
- Agitar freneticamente e aquecer utilizando o banho-maria a uma temperatura entre 60-70°C por um período de 5 minutos;
- A fase superior deve apresentar coloração vermelha intensa.

b) Ensaios de pureza

-Cloretos

- Dissolver 2,5 g do ácido tricloroacétio em água destilada e completar para 25 mL utilizando novamente água destilada;
- Pipetar 5 mL da solução e ir adicionando água destilada aos poucos até completar 15mL;
- A solução deve atender os requisitos necessários do ensaio limite para cloretos (APÊNDICE I). No máximo, 0,01% (100ppm).

-Cinzas sulfatadas

- A determinação de cinzas sulfatadas (APÊNDICE I) deve ser no máximo, 0,1% em 1,0 g do ácido tricloroacético.

c) Doseamento

- Dissolver 0,1 g de ácido tricloroacético em 20 mL da água destilada;
- Realizar a titular com a base hidróxido de sódio 0,1 *M* SV, com o indicador a fenolftaleína SV;
- Neste caso 1 mL de hidróxido de sódio o,1 *M* SV equivale a 16,339 mg de $C(Cl)_3COOH$.

ENSAIOS FÍSICO-QUÍMICOS DO PERMANGANATO DE POTÁSSIO

a) Identificação

- Dissolver 50 mg de permanganato de potássio em 5 mL de água destilada;
- Acrescentar 0,3 mL de hidróxido de sódio SR e 1 mL de etanol. A solução deverá desenvolver a coloração verde;
- Aquecer até ebulição. Formará um precipitado castanho escuro;
- Reservar e identificar com o piloto como “teste A”;
- Deverá responder às reações do íon permanganato (APENDICE I);
- Filtrar a solução obtida no teste A.;
- O filtrado corresponde às reações do íon potássio (APÊNDICE I).

b) de pureza

- Aspecto da solução

- Pesar 0,75 g de permanganato de potássio;
- Dissolver em 25 mL de água destilada e acrescentar 3 mL de etanol;
- Aquecer por um período de 2 minutos;

- Esperar esfriar, e adicionar água aos poucos até completar 30 mL, e logo após filtrar;
- A solução obtida deverá ser incolor.

-Substâncias insolúveis na água

- Pesar 0,5 g de permanganato de potássio;
- Dissolver, sob aquecimento em um 50 mL de água destilada;
- Filtrar utilizando um filtro vidro de média porosidade, previamente tarado, no qual deve ser lavado com água destilada, até conseguir um filtrado incolor;
- Separar o resíduo obtido da filtração e leva-lo a uma estufa, com temperatura de 102,5 ± 2,5 °C para secar;
- A massa obtida do resíduo seco não poderá ser superior a 5 mg ou seja 1,0%.

-Cloretos

- Separar 10 mL da solução resultante do Aspecto da solução, e completar o volume para 15 mL com água destilada;
- Deverá apresentar no máximo 0,02% (200 ppm) de cloretos (APÊNDICE I).

-Sulfatos

- Separar 12 mL da solução que resultou do Aspecto da solução, e completar o volume para 15 mL com água;
- Deverá apresentar no máximo 0,05% (500 ppm) de sulfatos (APÊNDICE I).

-Perda por dessecação

- PESAR 1 g de permanganato de potássio
- Dessecar com pressão diminuída, utilizando sílica-gel, por 18 horas;
- Deverá apresentar no máximo 0,05% de perda de componentes voláteis (APÊNDICE I).

c) Doseamento

- Pesar 0,125 g de permanganato de potássio e diluir em 25 mL de água destilada;
- Preparar uma solução com antecedência contendo ácido oxálico 0,05 *M* SV 2 mL, ácido sulfúrico e 5 mL de água destilada e 50 mL;
- Aquecer a mistura até uma temperatura aproximada aproximadamente de 80 ºC;
- Realizar uma titulação no excesso de ácido oxálico, utilizando o permanganato de potássio 0,02 *M* SV, para que se produza coloração rosa clara, onde deverá permanecer por um período de 15 segundos;
- Cada mL de ácido oxálico 0,05 M SV equivale a 3,161 mg de $KMnO_4$.

ENSAIOS FÍSICO-QUÍMICOS DO SULFATO DE SÓDIO

a) Identificação
    - Uma solução 1:20 corresponde ao teste para o íon sulfato (APENDICE I);
    - Uma solução 1:20 responde ao teste para o íon sódio (APENDICE I).

b) Ensaio de pureza

- Acidez e alcalinidade

- Pesar 1 g e diluir em 10 mL de sulfato de sódio. Após a sua omplexa dissolução, a qual deve conter 1 g do reagente sulfato de sódio) em 30 mL em 20 mL de água destilada;
- Adicionar a solução e o indicador azul de bromotimol (umas gota);

-Cloreto

- Deve conter no máximo 0,02% (200 ppm) de cloretos (APENDICE I).

-Metais pesados

- Em 10 mL de água deve-se dissolver 2 g de sulfato de sódio em 10 mL de água destilada;
- Adicionar 2 mL de ácido clorídrico 0,1 *M* e adicionar água destilada até completar o volume para 25 mL;
- Deve conter no máximo 0,001% (10ppm) de partículas sólidas do sulfeto de metais pesados (APENDICE I).

-Perda por dessecação

- Dessecar a um a temperatura de 105 °C por cerca de 4 horas;
- Para a forma decaidratada, a perda deverá estar compreendida entre 51 e 57%;
- Para a forma anidra, a perda deverá estar compreendida em no máximo 0,5%.

c) Doseamento

- Em 200 mL de água dissolver 0,4 g de sulfato de sódio e acrescentar e acrescentar 1 mL de ácido clorídrico;
- Aquecer até ebulição e, aos poucos, acrescentar cerca de 8 mL, com agitação permanente, de uma solução em excesso de cloreto de bário;
- Aquecer a solução em banho-maria por um período de uma hora 1 hora;
- Esperar decantar e filtrar o precipitado;
- Lavar com água destilada até que o resultado da lavagem esteja livre de cloretos.
- Secar, calcinar e pesar;
- A massa de sulfato de bário obtida multiplicado por 0,6086 representa o equivalente de Na_2SO_4.

APÊNDICE I- ENSAIOS COMPLEMENTARES PARA A DETERMINAÇÃO DA PUREZA

1. Determinação do resíduo por incineração (Cinzas Sulfatadas)

Pesar, com exatidão, entre 1 g e 2 g da amostra em um cadinho de porcelana previamente submetido a incineração à temperatura especificada para a amostra durante 30min resfriado em dessecador e pesado;

- Umedecer a amostra com aproximadamente 1 mL de ácido sulfúrico;
- Aquecer suavemente com a menor temperatura possível;
- Resfriar e umedecer o resíduo com 1 mL de ácido sulfúrico;
- Aquecer suavemente com o objetivo de que não ocorra desprendimento de fumos com coloração branca, após isso carbonizar imediatamente;
- Incinerar à 600 (+/- 50) ºC entre duas e três horas;
- Resfriar em um dessecador, pesar e calcular a porcentagem do resíduo;
- Adicionar 1 mL de ácido sulfúrico, aquecer e incinerar a 30 minutos adicionais see o resíduo obtido exceder o limite especificado;
- Repetir este procedimento até que a diferença entre duas pesagens seguidas seja de, no máximo, 0,5 mg;
- A fórmula 0.1 é utilizada para calcular a porcentagem do resíduo em relação a substância em análise

$$\%resíduo\ por\ icineração\ (cinzas\ sulfatadas) = \frac{P_2 - P_1}{P_3} x\ 100 \qquad \text{(equação 0.1)}$$

Em que:

-P_1: Peso do cadinho depois da calcinação e resfriamento (g);

-P_2: Peso do cadinho com a amostra depois do resfriamento (g);

-P_3: Peso inicial da amostra (g);

-100: Fator de porcentagem.

Observação 01: Realizar este procedimento em capela exaustora bem ventilada, mas protegida de ar. Pode ser empregado um forno mufla, se desejado, e seu uso é recomendado para ignição final a 600 (+/- 50ºC).

2. Ensaio limite para cloretos

Observação: Cada 1,5 mL da solução padrão deve conter $3{,}546\ x\ 10^{-4}$

1. Preparação da amostra:

- Pesar 2,6 g do ácido tricloroacético e dissolver de 30 a 40 mL de água destilada inserindo-o em um tubo de Nessler;
- Reaalizar o processo de neutralização utilizando ácido nítrico SR. O volume tem que ser maior que 0,2 mL de ácido clorídrico base;
- Definir o volume de solução base em 1mL, o limite de cloreto é estipulado pela equação 2.0 e deve-se chegar mao resultado final de 136ppm;
- Reservar.

$$2{,}6 = \frac{Quantidade\ de\ cloretos}{136} \qquad \text{(equação2.0)}$$

2. Preparação padrão:

- Transferir para um tubo de Nessler, o volume de ácido clorídrico padrão (HCL 0,01 *M* SV) e acrescentar um volume de 30 a 40mL;

3. Procedimento:

- Aos tubos De Nessler contendo a preparação padrão e a da amostra, transferir 1 mL de ácido nítrico SR;
- Se posterior ao processo de acidificação, a preparo não se apresentar na forma límpida, deverá filtrar por meio de um papel filtro isento para cloretos;
- Transferir o filtrado para um tubo de Neslller e adicionar 1 mL de nitrato de prata 0,1M;
- Completar volume para 50 mL com água destilada;
- Deixar em repouso ao abrigo da luz por um período de 5 minutos;
- Medir a turbidez utilizando o turbidímetro;
- A turbidez da preparação da amostra não deve ser superior à da preparação padrão;
- Reservar.

3. Ensaio limite para metais pesados

-Preparação da amostra

- Transferir para tubo adequado a solução da amostra finalizada e dissolver para 25 mL com água, ou solubilizar e dissolver com água para 25 mL a quantidade de amostra, em gramas, calculada segundo a equação 3.0:

$$\frac{2}{1000\,l} \qquad \text{equação (3.0)}$$

Em que:

l: limite de metais pesados na amostra em porcentagem (p/p).

- Adequar o pH entre 3,0 e 4,0 utilizando ácido acético *M* ou hidróxido de amônio 6 *M* e papel indicador com faixa estreita;
- Dissolver com água destilada para um volume aproximado de 40 mL e homogeneizar.

-Preparação padrão

- Transferir para tubo adequado 2 mL de solução base de chumbo (10 ppm Pb) e dissolver para 25 mL com água;
- Adequar o pH entre 3,0 e 4,0 utilizando ácido acético *M* ou hidróxido de amônio 6 *M* utilizando papel indicador;
- Dissolver utilizando água destilada para para um volume de 40 mL e homogeneizar.

-Preparação controle

- Em um terceiro tubo, deve-se transferir certo volume de solução da amostra preparada e 2 mL de solução padrão de chumbo (10 ppm Pb);
- Adequar novamente o pH entre 3,0 e 4,0 com ácido acético *M* ou hidróxido de amônio 6 *M* utilizando papel indicador de faixa estreita;
- Dissolver com água destilada para um volume de 40 mL e homogeneizar.

-Procedimento

- A cada uma das preparações, transferir 2 mL de tampão acetato pH 3,5 e 1,2 mL de tioacetamida SR;
- Dissolver com água destilada para o volume de 50 mL, misturar e esperar o repouso por um período de dois minutos. Após isso, quando ocasionar o tom com variação amarelo ao preto;
- Visualizar as preparações de cima para baixo, segundo o eixo vertical do tubo, sobre fundo branco;
- A cor desenvolvida na preparação amostra não deve ser mais intensa do que na preparação padrão.

4. Ensaio limite para sulfatos

Reagentes especiais

A. Solução reserva de nitrato de chumbo:
    - Solubilizar exatamente 159,8 mg de nitrato de chumbo em 100 mL de água destilada e de 1 mL de ácido nítrico;
    - Dissolver com água destilada para 1000 mL e misturar;
    - Aprontar e reservar essa solução em frasco de vidro isentos de sais solúveis de chumbo.

B. Solução padrão de chumbo (10 ppm Pb):
    - Dissolver 10 mL da solução reserva de nitrato de chumbo para 100 mL com água destilada;
    - Cada mL dessa solução deverá conter 10 µg de chumbo (10 ppm Pb), preparada recentemente.

C. Tampão acetato pH 3,5:
    - Solubilizar 25,0 g de acetato de amônio em 25 mL de água e 38 mL de ácido clorídrico 6 M;
    - Adequar o pH em 3,5 utilizando hidróxido de amônio 6 M ou ácido clorídrico 6 M;
    - Dissolver para 100 mL com água destilada e misturar.

D. Preparo do reagente de tioacetamida:
   - Aquecer tioacetamida SR em banho-maria por 20 segundos, resfriar e utilizar imediatamente.

METODO I

A. PREPARAÇÃO DA AMOSTRA
   - Utilizar a equação 4.0 para determinar a quantidade da amostra em gramas;
   - Transferir para um tubo de nessler;
   - Diluir ou solubilizar e diluir para 25 mL com água destilada;

$$\frac{2}{1000.l} \qquad \text{(equação 4.0)}$$

Em que:

$\boldsymbol{l}$ = limite de metais pesados na amostra em porcentagem (p/p).

- Adequar o pH entre 3,0 e 4,0 com ácido acético M ou hidróxido de amônio 6 M fazendo uso de um papel indicador de faixa estreita;
- Dissolver com água destilada para um volume de 40 mL e misturar.

B. PREPARAÇÃO PADRÃO
- Transferir para tubo de nessler 2 mL de solução padrão de chumbo (10 ppm Pb);
- Diluir para 25 mL com água;
- Adequar o pH entre 3,0 e 4,0 utilizando ácido acético ou hidróxido de amônio 6 M utilizando papel indicador de faixa estreita;
- Dissolver com água destilada até alcançar um volume de 40 mL e misturar.

C. PREPARAÇÃO CONTROLE
- Transferir para um terceiro tubo de nessler um volume de solução da amostra preparada conforme em preparação amostra e 2 mL de solução padrão de chumbo (10 ppm Pb);

- Ajustar o pH entre 3,0 e 4,0 com ácido acético M ou hidróxido de amônio 6 M utilizando papel indicador de faixa estreita como indicador externo;
- Diluir com água para aproximadamente 40 mL e homogeneizar.

D. PROCEDIMENTO

- Em todas a formulações, transferir 2 mL de tampão acetato pH 3,5 e 1,2 mL de tioacetamida SR;
- Diluir com água para 50 mL, homogeneizar e deixar em repouso por dois minutos;
- Após dois minutos, deverá desenvolver a cor que pode variar entre amarelo e preto;
- A coloração desenvolvida na preparação amostra não deve ser mais intensa do que na preparação padrão.

5. Perda por dessecação

O resultado é expresso em porcentagem p/p, e calculado seguindo a formula 5.0:

$$\frac{(P_u - P_s)}{P_m} x100 \qquad \text{(equação 5.0)}$$

Em que:

$P_m =$ peso da amostra (g);

$P_u =$ peso do pesa-filtro contendo a amostra antes da secagem (g);

$P_s =$ peso do pesa-filtro contendo a amostra depois da secagem (g).

PROCEDIMENTO

O procedimento pode ser realizado por gravimetria e balança com infravermelho ou com lâmpada halógena.

Gravimetria

- Se necessário, macerar a substância até se obter um pó fino triturando-a rapidamente;
- Pesar uma quantidade aproximada entre 1 g a 2 g da substância, de forma exata, em um pesa-filtro inicialmente dessecado por um período de 30 minutos, e resfriado utilizando uma baixa temperatura utilizado um dessecador;
- Distribuir a amostra o mais uniformemente possível, agitando suavemente o pesa-filtro de modo que se forme uma camada de aproximadamente 5 mm de espessura e, no máximo, 10 mm em caso de materiais volumosos;
- Colocar o pesa-filtro contendo a amostra, destampado, junto com a tampa na câmara de secagem;
- Secar a amostra;
- Abrir a câmara de secagem, tampar o pesa-filtro rapidamente, retirá-lo e permitir que atinja a temperatura ambiente em um dessecador antes de pesá-lo;
- A secagem deverá continuar até o momento em que duas pesagens sequenciais obtenham valores iguais em mais que 0,50 mg por grama de substância pesada, realizando a segunda pesagem depois de uma hora adicional de secagem;
- Se a substância funde a uma temperatura inferior àquela especificada para a determinação da perda por secagem, manter o pesa-filtro com sua capacidade durante uma a duas horas a uma temperatura de 5 °C a 10 °C inferior à temperatura de fusão e depois secar à temperatura especificada.

Balança com infravermelho ou com lâmpada halógena

- Retirar toda a umidade presente no equipamento;
- Pesar quantidade da substância a ser analisada, separar o material de forma uniforme no coletor de amostra e colocá-lo dentro do aparato;
- Definir o tempo e a temperatura de secagem conforme estabelecido na monografia individual. Registrar o valor de umidade obtido.

6. Reações de identificação do íon potássio

- Tratar solução alcalina da amostra com tetrafenilborato sódico a 1% (p/v). Onde deverá formar um precipitado branco;
- Tratar solução da amostra com ácido acético SR e 1 mL de cobaltinitrito de sódio SR. Onde deverá formar imediatamente um precipitado amarelo ou amarelo alaranjado, na ausência de íons amônio;
- Colocar a solução da amostra, acidulada com ácido clorídrico SR, na zona redutora da chama. Esta deverá adquirir cor violeta, porém a presença de pequena quantidade de sódio mascara a cor;
- Tratar solução da amostra com ácido perclórico SR. Onde deverá formar um precipitado branco cristalino.

7. Reações de identificação do íon permanganato

- Tratar solução da amostra, acidulada por ácido sulfúrico SR, com peróxido de hidrogênio a 3% (p/v) SR, onde a cor deverá desaparecer a frio;
- Tratar solução da amostra, acidulada por ácido sulfúrico SR, com ácido oxálico SR em solução aquecida; a cor deverá desaparecer.

8. Reações de identificação do íon sódio

- Transferir a solução da amostragem, com ácido clorídrico SR, na zona redutora da chama. Esta deverá adquirir cor amarela intensa;
- Tratar solução da amostra com ácido clorídrico ou nítrico e depois com acetato de uranila e zinco SR. Ocorrerá formação de um precipitado cristalino com coloração amarelo-ouro, após a mistura por determinado tempo.

9. Reações de identificação do íon sulfato

- Tratar solução da amostra com cloreto de bário SR, onde deverá formar um precipitado branco, insolúvel em ácido clorídrico SR e em ácido nítrico SR;

- Tratar solução da amostra com acetato de chumbo SR, onde deverá formar um precipitado branco, solúvel em acetato de amônio SR, porém insolúvel em ácido clorídrico ou nítrico SR;
- Tratar solução da amostra com ácido clorídrico SR. Não deverá formar nenhum precipitado (distinção do tiossulfato).

APÊNDICE II - TABELAS DE VALIDAÇÃO

Tabela 02 – Detalhamento de dados para ácido tricloroacético.

INFORMAÇÕES DO ROTULO		PARÂMETRO	VALOR OBTIDO	VALOR DE REFRÊNCIA
Reagente		Cloretos		
Marca				
Lote		Cinzas Sulfatadas		
Validade				
Novo prazo de validade		Doseamento		

Fonte: Autoral, 2021

Tabela 02 – Detalhamento de dados para o permanganato de potássio.

INFORMAÇÕES DO ROTULO		PARÂMETRO	VALOR OBTIDO	VALOR DE REFRÊNCIA
Reagente		Aspecto da solução		
Marca		Substâncias insolúveis na água		
Lote		Cloretos		
Validade		Sulfatos		
Novo prazo de validade		Perda por dessecação		
		Doseamento		

Fonte: Autoral, 2021

Tabela 02 – Detalhamento de dados para o sulfato de sódio.

INFORMAÇÕES DO ROTULO		PARÂMETRO	VALOR OBTIDO	VALOR DE REFRÊNCIA
Reagente		Acidez e alcalinidade		
Marca		Cloretos		
Lote		Metais pesados		
Validade		Perda por dessecação		
Novo prazo de validade		Doseamento		

Fonte: Autoral, 2021