



*Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
Centro Nacional de Pesquisa de Florestas
Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento*

ISSN 1679-2599

Agosto, 2004

Documentos 97

Metodologia para Definição de Procedimento Operacional Padrão

Luiz Fernando Tocchetto
Patrícia Póvoa de Mattos

Colombo, PR
2004

Exemplares desta publicação podem ser adquiridos na:

Embrapa Florestas

Estrada da Ribeira, km 111

Caixa Postal 319

Fone: 41 666-1313

Fax: 41 666-1276

Home page: <http://www.cnpf.embrapa.br>

E-mail (sac): sac@cnpf.embrapa.br

Comitê de Publicações da Unidade

Presidente: Luciano Javier Montoya Vilcahuaman

Secretária-Executiva: Cleide da S. N. Fernandes de Oliveira

Membros: Antônio Carlos de S. Medeiros, Edilson Batista de Oliveira, Erich Gomes Schaitza, Honorino Roque Rodigheri, Jarbas Yukio Shimizu, José Alfredo Sturion, Patricia Póvoa de Mattos, Sérgio Ahrens, Susete do Rocio C. Penteado

Supervisor editorial: Luciano Javier Montoya Vilcahuaman

Normalização bibliográfica: Lidia Woronkoff e Elizabeth Câmara Trevisan

Foto(s) da capa: Luiz Fernando Tocchetto

Revisão gramatical: Ralph D. M. de Souza

Editoração eletrônica: Cleide da S. N. Fernandes de Oliveira

1ª edição

1ª impressão (2004): 500 exemplares

Todos os direitos reservados.

A reprodução não-autorizada desta publicação, no todo ou em parte, constitui violação dos direitos autorais (Lei no 9.610).

CIP – Brasil. Catalogação na Publicação
Embrapa Florestas

Tochetto, Luiz Fernando

Metodologia para definição de procedimento operacional padrão / Luiz Fernando Tocchetto, Patricia Povo de Mattos. — Colombo : Embrapa Florestas, 2004.

26 p. (Embrapa Florestas. Documentos, 97).

ISSN 1517-536X - CD ISSN 1679-2599

1. Laboratório – Método. I. Mattos, Patricia Povo de. II. Título. III. Série.

CDD 371.382

© Embrapa 2004

Autores

Luiz Fernando Tocchetto

Engenheiro civil, Bacharel, Técnico de Nível Superior da
Embrapa Florestas
tocchetto@cnpf.embrapa.br.

Patricia Póvoa de Mattos

Engenheira-Agrônoma, Doutora, Pesquisadora da
Embrapa Florestas
povoa@cnpf.embrapa.br

Apresentação

O que se observa hoje nas diferentes Unidades da Embrapa é um quadro de técnicos de laboratório altamente especializados, mas com pouco ou nenhum registro dos detalhes de otimização das rotinas de análise, desenvolvidos ao longo dos anos.

O registro desse conhecimento facilitará o repasse do conhecimento acumulado no treinamento de outros técnicos, além de possibilitar a padronização dos resultados com maior confiabilidade e segurança dos procedimentos. Isso é possível pela elaboração de Procedimentos Operacionais Padrão, ainda muito pouco explorados pela carência de informações sobre o assunto.

Esse trabalho apresenta uma metodologia para a definição dos Procedimentos Operacionais Padrão de fácil aplicação. Será possível otimizar recursos humanos e financeiros alocados em treinamento e a oportunidade de resgate do conhecimento até então restrito a cada técnico.

Esta contribuição da *Embrapa Florestas* facilitará a implantação e controle de rotinas nos diversos laboratórios do Sistema Embrapa.

Moacir José Sales Medrado
Chefe Geral
Embrapa Florestas

Sumário

Introdução	9
1. Material e Métodos	11
2. Resultados e Discussão	12
Análise química realizada por estagiários do laboratório de qualidade da madeira	24
4. Equipamentos de Proteção Individual e Coletivo	25
5. Considerações Finais	26
6. Referências Bibliográficas	26

Metodologia para Definição de Procedimento Operacional Padrão

Luiz Fernando Tocchetto

Patricia Póvoa de Mattos

INTRODUÇÃO

As boas práticas para laboratório (BPL) são o conjunto de normas que dizem respeito à organização e às condições sob as quais estudos são planejados, realizados, monitorados, registrados e relatados, tendo por princípio fixar os padrões mínimos para um laboratório funcionar adequadamente visando o homem/vegetais/animais e o meio ambiente.

É importante a existência no laboratório de normas ou manuais de segurança específicos. Todos os procedimentos de rotina executados no laboratório devem ser descritos e de fácil interpretação e acesso a todos. Deve-se ter descritas as técnicas de manuseio correto de vidrarias e aparelhagens, cuidados especiais com reagentes e explicação de como usar corretamente os equipamentos de proteção individual e primeiros socorros (Brasil, 2002).

A Embrapa, apesar de não ter uma cultura prevencionista, inseriu em suas normas internas, ao longo de sua existência, procedimentos normativos de segurança. Em 1978 quando foi aprovada a primeira Norma Regulamentadora pelo Ministério do Trabalho, esta foi inserida nos procedimentos básicos de segurança, e ao longo destes anos, foram implantados vários sistemas em suas instalações, tais como certificação de qualidade em alguns de seus laboratórios, treinamento em boas práticas de laboratório, e mais recentemente o Modelo de Gestão Estratégica – MGE (Embrapa, 2000) que

também envolve questões de segurança como um todo, e que de alguma forma garantiram um baixo número de acidentes em seus laboratórios.

Um fato que pode ter contribuído para a não fixação de uma cultura prevencionista, é o baixo grau de risco na qual se enquadra a Embrapa. Segundo a Classificação Nacional de Atividades Econômicas – CNAE, o grau para esta atividade, código nº 73.10-5, Pesquisa e Desenvolvimento das Ciências Físicas e Naturais, é dois (2), o que corresponde na prática a um risco igual ao de escritórios comerciais, onde as exigências de segurança são mínimas (Brasil, 2002).

Mesmo sendo grau de risco dois, a Embrapa se preocupou em montar uma estrutura de laboratórios atualizada, com “lay out” avançado para a época, quando teve início a construção das Unidades de pesquisa, a partir de 1973, cinco anos antes da aprovação da Lei nº 6.514 de 22 de dezembro de 1977, e das Normas Regulamentadoras aprovadas pela Portaria nº 3.214 de 8 de junho de 1978.

Na Embrapa Florestas estão instalados 10 laboratórios de pesquisa, com poucos profissionais de apoio, mas na grande maioria com grande especialização para o desenvolvimento das atividades de rotina de cada laboratório. O que se observa é que os profissionais habilitados seguem os protocolos de análise, adequando etapas para a otimização das tarefas e esses passos não ficam registrados. Este problema se evidencia quando existe a necessidade de substituição ou remanejamento de profissionais por motivos diversos.

A constante evolução no controle de qualidade dos processos em geral, não sendo diferente em laboratórios de análises químicas, levou-nos a uma constatação clara de que, apesar de possuímos as técnicas avançadas de investigação, não dispomos de ferramentas adequadas de acompanhamento dos processos químicos em suas diversas etapas, dificultando a padronização dos resultados, bem como a garantia da manutenção da técnica dentro dos padrões de excelência exigidos em caso de substituição do pessoal técnico do laboratório. As dificuldades e os custos financeiros para a recuperação destas técnicas seria altíssimo, justamente pela falta do registro adequado dos procedimentos.

O objetivo deste trabalho foi estruturar uma metodologia para se definir procedimentos Operacionais Padrão (POP's) para protocolos executados em laboratórios, permitindo que profissionais com treinamento básico possam realizar tarefas de outros laboratórios, seguindo os passos anteriormente mapeados para sua correta execução.

1. MATERIAL E MÉTODOS

Trabalhou-se com a madeira de *Pinus maximinoi* em análises de rotina, realizadas por técnico treinado e responsável pela execução das análises químicas de madeira do laboratório, há mais de cinco anos.

Para a avaliação dos objetivos pretendidos, foram escolhidos dois laboratoristas com experiência de mais de cinco anos, um lotado no laboratório de qualidade da madeira, habituado com as rotinas em teste, e outro lotado em um laboratório sem qualquer ligação com o Laboratório de Qualidade da Madeira, e que não conhecia os procedimentos em questão.

Adotou-se para a análise a apostila compilada por Lavoranti (1986), em que são descritas as normas para o preparo de amostras e os procedimentos de análise química da madeira.

A metodologia usada envolveu o desenvolvimento das atividades práticas, como descrito a seguir, com o acompanhamento e documentação realizada por um engenheiro de segurança:

- O técnico treinado realizou a análise sem a presença do técnico convidado e cada passo ou observação não discriminada no manual foi anotada, sendo elaborada uma nova seqüência de etapas;
- foi repassado o manual para a realização da análise pelo técnico convidado, sendo acompanhadas e anotadas pelo engenheiro de segurança as dificuldades encontradas;
- O técnico convidado realizou novamente a análise seguindo a nova seqüência, sempre acompanhado pelo engenheiro de segurança, e as dúvidas que surgiram foram esclarecidas pelo técnico treinado.

- Com os POP descritos e revisados foram repassados para estagiários do laboratório e solicitada a realização das análises, com a supervisão do técnico treinado.

2. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A primeira constatação foi que o manual não apresenta as instruções passo a passo de todos os procedimentos a serem realizados (POP's), desde o preparo das amostras, operacionalização de equipamentos e dos procedimentos de análise química. Procedimento este fundamental para a aplicação das BPL, evitando-se erros grosseiros no processo, propiciando a padronização dos procedimentos, por todos os empregados, mesmo aqueles que não conhecem os procedimentos utilizados, evitando riscos de acidentes por procedimentos inadequados, e a garantia da manutenção da qualidade das análises.

Nas condições atuais, o manual existente não descreve detalhadamente todos os passos do processo, o que dificulta muito o trabalho do laboratorista, mesmo experiente, que não conheça o processo de análise desse laboratório, necessitando da ajuda do laboratorista titular para executar as análises desejadas, o que indica que mudanças devem ser feitas no manual de procedimentos.

Os procedimentos laboratoriais realizados pelo laboratorista 1 transcorreram normalmente, sem quaisquer dificuldades, por ser ele um conhecedor do processo. Verificou-se, no entanto que muitas etapas realizadas ao longo dos trabalhos não constavam no manual e que de alguma forma poderiam gerar situações de riscos de acidentes graves, como também a perda da amostra e danos nos aparelhos e equipamentos caso não fossem executadas.

Estas situações foram registradas conforme a seqüência das análises, a seguir:

Determinação da umidade das amostras:

- Não há descrição ou modelo para montagem dos envelopes de papel filtro onde serão colocadas as amostras de serragem para análise (Figura 1);
- A estufa não apresenta nenhuma sinalização de segurança;

- Durante a secagem das amostras na estufa a $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$, verificou-se que a retirada das amostras quentes da estufa para o dessecador é feita com uma pinça metálica sem qualquer proteção do laboratorista;



Figura 1 – Seqüência para montagem do envelope de papel filtro.

- O dessecador não possui respiro, e deve ser aberto com frequência para se evitar a selagem da tampa.
- Determinação dos extrativos totais:
- Foi nesta etapa dos procedimentos onde se verificou o maior número de situações não registradas e importantes.
- O primeiro passo ao preparar o Extrator de Soxhlet (Figura 2), é colocar as pérolas de vidro no interior do balão. Se isto não for feito, o risco de explosão do balão durante o processo de fervura dos solventes é iminente, e em lugar algum esta descrição é registrada;
- O posicionamento correto das mangueiras de borracha para a circulação da água de resfriamento no condensador;
- O desligamento da água de circulação do condensador, em que momento deve ser fechado o registro e suas conseqüências;
- A seqüência de procedimentos com relação à grelha aquecedora, quando ligar e desligar;
- O reaproveitamento dos produtos químicos no processo de digestão;
- Ao iniciar a fervura ocorre o transbordamento da solução de ácido sulfúrico a 72%, e para que seja controlada esta reação, é adicionado álcool 96%, com um pissete, diretamente sobre a solução, por uma ou duas vezes;

- Com a lavagem das amostras, ocorre a diluição da solução de H_2SO_4 , para 0,6% a qual é jogada diretamente na pia de despejo;
- O procedimento de aquecimento da água de reposição do banho-maria, por estar o sistema de aquecimento central desativado;
- O procedimento de montagem da solução de ácido sulfúrico 72% não consta no manual;
- Não há indicativos de como fazer para misturar ácido à água;
- No processo de lavagem das amostras não há indicação de que o funil deve ser estriado para facilitar a saída do ar, agilizando o processo, pois a lavagem é feita com água em ponto de ebulição.

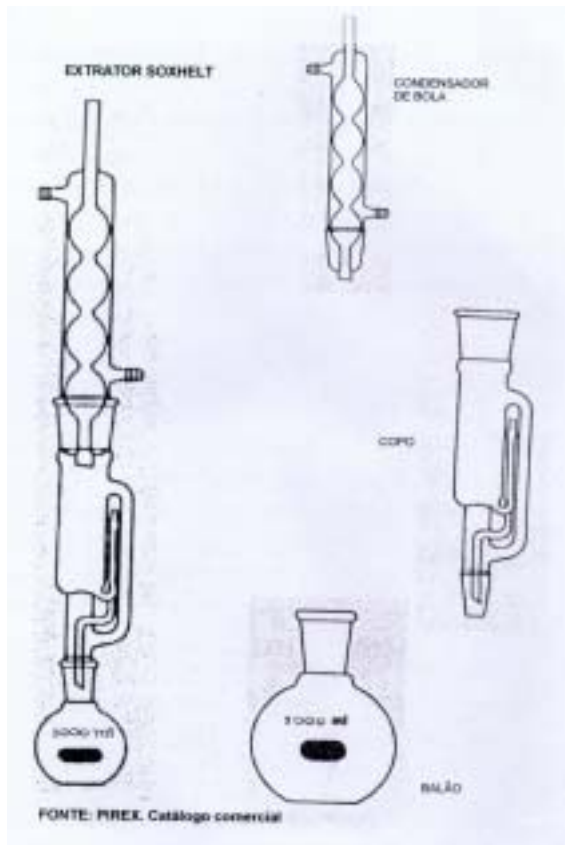


Figura 2– Extrator Soxhlet

O laboratorista convidado teve alguma dificuldade na realização das análises, solicitando a ajuda do laboratorista experiente, o que contribuiu para o aprimoramento das descrições das etapas dos POP. Sugere-se a inclusão de amostras indicadoras no lote de análise, para a confirmação dos resultados obtidos, funcionando como uma auditoria constante do processo e dos resultados, ação importante no controle da qualidade das análises.

A seguir, estão descritos passo a passo todas as etapas e os procedimentos de segurança para que as análises sejam realizadas com êxito.

POP nº 1:

Aquecimento do Cadinho em estufa de secagem:

- 1) Regular a estufa de secagem para $105^{\circ} \text{C} \pm 3^{\circ} \text{C}$.
- 2) Atingida a temperatura de 105°C , colocar os cadinhos para secar por 2 a 3 horas, verificando a cada 30 minutos se a temperatura da estufa está correta, pela leitura direta do termômetro instalado na estufa;
- 3) Retirar os cadinhos da estufa com auxílio de uma pinça e colocar em um dessecador de cinco em cinco cadinhos.

POP nº2:

Utilização do dessecador:

- 1) Retirar os cadinhos da estufa com auxílio de uma pinça, colocando-os no dessecador por 10 minutos para resfriamento.
- 2) O dessecador não tem respiro próprio, sendo necessário o procedimento de abre/fecha da tampa a cada 3 minutos.
- 3) Para a pesagem do cadinho, abre-se a tampa do dessecador e retira-se um cadinho, fechando-se a tampa em seguida para evitar que os demais cadinhos absorvam a umidade do ar. O dessecador possui no seu interior um depósito de sílica com formato de grãos com diâmetro médio de 1mm, que quando seca tem aparência azulada, e quando saturada de umidade torna-se incolor opaco.

- 4) Para recuperação da sílica, a cada 30 dias, transferir a sílica do dessecador para um recipiente de vidro ou de porcelana sem tampa.
- 5) Coloca-se a sílica na estufa a 105° C por um período de 24 horas, até que recupere a sua cor azulada.

POP nº3

Regulagem da balança mecânica marca Sauter D 7470:

- 1) Tarar a balança (zerar): alavanca para trás.
- 2) Desligar a balança: alavanca para cima;
- 3) Efetuar uma pré-pesagem com um cadinho: alavanca da balança para frente, sempre com a porta da balança fechada.
- 4) Desligar a balança;
- 5) Com a balança desligada, colocar o valor encontrado na pré-pesagem no visor.
- 6) Acionar a alavanca para trás e regular o peso da pré-pesagem nas 4 casas decimais, no botão grande do lado direito;
- 7) Desligar a balança para iniciar a pesagem.

Determinação da Umidade da amostra:

As serragens para análise estão armazenadas em recipientes plásticos com tampa rosqueável. A serragem contida no frasco plástico deve ser homogeneizada antes da retirada da amostra.

Com uma colher de chá é retirada a serragem do pote plástico e colocada no cadinho (aproximadamente 1 g). Colocar o cadinho na balança e fazer o procedimento operacional padrão 3 (POP 3). Por motivo de segurança, fazer duas repetições para cada amostra.

O laboratorista trabalhou em pé junto à balança, uma postura melhor do que aquela do laboratorista 1, pois a bancada da balança tem uma altura de 93 cm.

Concluída a pesagem dos cadinhos com serragem, os mesmos são recolocados na estufa de secagem a 105° C por 4 horas.

Retirar cinco (5) cadinhos com amostras de serragem seca da estufa com uma pinça e colocar no dessecador, as amostras restantes ficam na estufa.

Fazer o POP 2 de operação do dessecador, e o POP 3 de pesagem das amostras absolutamente secas.

Determinação simultânea de extrativos totais, lignina e holocelulose.

Procedimento:

Transferir as amostras secas de serragem dos cadinhos para envelopes de papel filtro.

O laboratorista convidado teve dificuldade em montar o envelope de papel filtro, pois não havia nenhuma indicação de como deveriam ser os envelopes, bem como o tipo de tinta para marcação para que não se apagasse durante as análises químicas.

POP nº 4:

Elaboração do envelope de papel filtro:

(Optou-se pelo procedimento de cópia do modelo de envelope modelo anexo ao manual de procedimento, pois uma descrição detalhada seria bastante extensa e pouco produtiva).

- 1) Fazer os envelopes de papel filtro conforme amostra anexa no manual de procedimentos;
- 2) Identificar os envelopes com lápis de grafite, de acordo com a numeração de cada amostra.

POP nº 5

Procedimento de pesagem:

- 1) Pesas em papel vegetal:
- 2) Utilizar bandeja em papel vegetal formato retangular, sendo que um dos lados menores é recortado em forma de cunha das duas extremidades para o eixo. Dimensões: 4 x 7 cm, corte em cunha 3 cm. Esta bandeja de papel tem por finalidade facilitar a transferência das amostras de serragem pesada para dentro de envelope de papel filtro. Como forma de facilitar o entendimento do procedimento, anexar um modelo ao manual.
- 3) Pesa-se a bandeja de papel e adiciona-se ao peso de 1g A.S.
- 4) Confere-se com os dados das pesagens anteriores das amostras. Os valores têm que ser os mesmos.
- 5) Antes de retirar as amostras do frasco plástico, para a pesagem, proceder a homogeneização da serragem.
- 6) A retirada das amostras de serragem do frasco é feita com uma colher de chá em aço inox. O ideal seria a utilização de uma espátula.
- 7) Após a pesagem, transferir as amostras para o envelope de papel filtro e fechá-los com grampeador.

Constatamos que o problema da iluminação também interfere na visualização do mostrador digital da balança pelo laboratorista 2. Foi necessário apagar as lâmpadas fluorescentes sobre a balança. As dificuldades do manuseio da balança ainda permaneceram, ficando evidente a necessidade de se elaborar um POP para este fim.

Extrator de Soxhlet

O que é? Para a definição do extrator de Soxhlet, sugerimos a inclusão no manual de procedimentos uma figura, facilitando a visualização e descrição do mesmo (Figura 2).

O extrator de Soxhlet é construído em vidro, composto de três partes:

- 1) Balão: que pode ter capacidade de 250 ml, 500 ml e 1000 ml. Utilizou-se o balão de 1000 ml.
- 2) Copo: peça onde serão introduzidas as amostras para a extração;
- 3) Condensador de bola: onde ocorrerá a condensação por resfriamento dos solventes.

O manual não define os procedimentos para a utilização do extrator de Soxhlet.

POP nº 6

Preparo da solução álcool/tolueno – volume 900 ml.

- 1) A concentração da solução é de 1 álcool etílico PA para 2 de tolueno;
- 2) Utilizar uma proveta de 1000 ml graduada, preparar a medida de 300 ml de álcool etílico PA (C_2H_6O);
- 3) Transferir esta medida para um balão volumétrico de 1000ml;
- 4) Utilizar a mesma proveta, preparar a medida de 600 ml de tolueno PA (C_2H_8).
- 5) Transferir esta medida para o balão volumétrico, adicionando sobre o álcool.
- 6) Agitar o balão volumétrico por 5 a 10 minutos homogeneizando a mistura;
- 7) Transferir a solução para um recipiente com 1000 ml de vidro escuro e com tampa;
- 8) Identificar o recipiente com etiqueta adesiva, indicando data e conteúdo,
- 9) Guardar em local escuro e ventilado.

POP nº 7

Utilização do extrator Soxhlet:

- 1) Utilizar os seguintes EPI's: Luvas de procedimento, máscara contra vapores orgânicos, avental em PVC, guarda-pó de algodão, óculos de segurança e calçados de segurança;

- 2) Preparar o balão de 1000 ml, o copo e o condensador;
- 3) Inserir no balão pérolas de fervura (em vidro) em quantidade aproximada de duas colheres de sopa. O uso das pérolas tem por finalidade evitar o rompimento do balão por choque térmico no momento da fervura dos reagentes e/ou soluções químicas utilizadas no processo;
- 4) Introduzir as amostras no copo do extrator Soxhlet, de forma que fiquem instaladas no fundo do copo;
- 5) Montar o copo sobre o balão e levar o conjunto à capela para a adição do reagente químico (1ª extração - diclorometano; 2ª extração - solução álcool/tolueno e 3ª extração - álcool, sempre nesta ordem).
- 6) Ligar a capela e adicionar o diclorometano ao copo do extrator Soxhlet, até o nível do sifão. Deixar escorrer para o balão e completar novamente até o sifão. O volume total de diclorometano a ser retido no balão é de 750 ml.
- 7) Levar o conjunto balão, copo para a grelha digestora;
- 8) Fixar o conjunto;
- 9) Instalar sobre o copo, o condensador, e mangueiras de circulação de água;
- 10) Ligar a água fazendo-a circular, e verificar se as mangueiras estão instaladas corretamente, isto é, a entrada de água pelo bocal inferior e saída pelo bocal superior, manter a água circulando durante todo o tempo de extração;
- 11) Ligar a grelha digestora;
- 12) Regular o botão de controle da resistência elétrica para um giro de 50% do seu curso;
- 13) Ao ferver a solução contida no balão, fazer nova verificação do controle da resistência, de modo que o borbulhamento seja moderado;
- 14) Ferver por oito (8) horas.
- 15) Ao término das oito (8) horas, desligar a grelha digestora;
- 16) Aguardar o esfriamento da solução, mantendo a água circulando pelo condensador;

- 17) Desligar a água, e retirar o condensador do extrator Soxhlet;
- 18) Levar à capela o conjunto copo e balão, inclinando o conjunto para sifonar a solução e verter para o copo;
- 19) Retirar o copo e deixá-lo na posição horizontal na capela para secagem dos envelopes por evaporação até o dia seguinte;

Na última extração, com o álcool, os envelopes são retirados do copo do Soxhlet e espalhados dentro da capela para a evaporação do álcool e secagem, por 12 horas.

- 20) A solução contida no balão é recolocada no frasco original e guardada.
- 21) Identificar o frasco com o reagente químico utilizado e o número de vezes que o mesmo foi utilizado. A utilização do mesmo reagente químico nesta análise é de três vezes, e depois descartado.

POP nº 8

Banho Maria:

- 1) Abrir o envelope e transferir toda a serragem para uma folha de papel tamanho A4, sobre a bancada, tomando-se o cuidado de não deixar cair serragem. Desta para o Erlenmeyer 250 ml, contendo 100 ml de água destilada. Cada amostra de serragem deve ser colocada em um Erlenmeyer de 250 ml, identificado com o número da amostra.
- 2) Ligar o banho-maria e, quando a água estiver fervendo, colocar os Erlenmeyer, tantos quantos forem o número de amostras do processo.
- 3) Cobrir o Erlenmeyer com Becker de 50 ml.
- 4) Agitar suavemente a cada 15 minutos por 3 horas.

Pesagem dos filtros:

Identificada a necessidade de um procedimento padrão (POP), pois o manual não descreve a operação.

POP nº 9:

Pesagem dos filtros:

- 1) Recortar de uma folha de papel filtro discos com diâmetro de 15 cm e tantas quantas forem as amostras;
- 2) Preparar os discos de papel filtro, dobrando-os para que tomem o formato de um cone;
- 3) Levar os filtros para secagem na estufa a 105° C;
- 4) Manter os discos de papel filtros na estufa por 3 horas;
- 5) Determinar a tara dos discos de papel filtro;
- 6) Retirar os discos da estufa utilizando uma pinça metálica;
- 7) Retirar no máximo 3 filtros de cada vez;
- 8) Colocar os discos no dessecador;
- 9) Pesar rapidamente cada disco, pois os mesmos são muito higroscópicos;

POP nº10

Preparo da solução de H₂SO₄ 72%:

Em proveta de 1000 ml, coloca-se 665 ml de H₂SO₄ 96% em um balão de 1000 ml com 300 ml de água destilada. Sempre se adiciona o ácido na água, evitando desta forma a reação violenta da mistura, tais como o transbordamento da solução para fora do balão. A adição de ácido à água deve ser feita de forma lenta e homogeneizando-se a mistura, com o balão dentro de uma cuba com água, evitando a elevação da temperatura da solução. Para a adição do ácido é utilizado um funil de vidro ou plástico.

O tempo médio para o preparo da solução de H₂SO₄ 72% é de 40 minutos. Concluída a operação, completa-se os 1000 ml com água destilada e transfere-se a solução para um recipiente de cor âmbar. Conservar em geladeira a uma temperatura de 4 a 10° C.

Não é feita a verificação da exatidão da dosagem da solução (H₂SO₄ 72%),

confiando-se nas orientações do manual de procedimentos. Após a montagem das amostras em solução H_2SO_4 72%, a sobra da solução é devolvida ao recipiente cor âmbar. As provetas são lavadas em água corrente na pia. As luvas de procedimentos vão para o lixo.

Determinação da lignina:

A serragem seca é transferida para os recipientes Becker de 50 ml. Adicionar 15 ml de solução de ácido sulfúrico 72%, mantida sob refrigeração a 20° C. A adição da solução de ácido sulfúrico à serragem provoca o aquecimento da mistura.

A mistura contida nos recipientes Becker 50 ml deverá ser mantida a uma temperatura de $19 \pm 1^\circ \text{C}$. Para que seja mantida a temperatura das amostras, os Becker são colocados em um recipiente com água resfriada, com um termômetro para a verificação da temperatura. Caso ocorra o aumento da temperatura, adicionar água resfriada. Este processo deverá ser mantido por duas horas. As amostras devem ser agitadas freqüentemente durante as duas horas. Transcorrido o tempo estabelecido, as amostras são transferidas para tubos Erlenmeyer 1000 ml e diluídas a solução de ácido a 3%, pela adição de 560 ml de água destilada.

Ferver por 4 horas, na grelha digestora a 100° C. Ao iniciar a fervura ocorre o transbordamento da solução, e para que seja controlada esta reação, é adicionado álcool 96%, com um pissete, diretamente sobre a solução, por uma ou duas vezes. Durante a fervura o volume de solução deve ser mantido a 550 ml, mediante a adição de água destilada.

POP nº11

Lavagem das amostras:

- 1) Preparar balões volumétricos 1000 ml e instalar funis de plástico, sobre o seu bocal;
- 2) Colocar os cones de papel filtro dentro dos funis instalados nos balões volumétricos;

- 3) Toda a serragem do Erlenmeyer é retirada e colocada nos funis sobre os filtros recipientes de papel;
- 4) Aquecer 250 ml de água, a ponto de fervura, para cada amostra;
- 5) Utilizar luvas de segurança contra calor; e óculos de proteção;
- 6) Lavar a amostra que se encontra no funil de plástico, envolta pelo filtro cone, instalado sobre o bocal do balão volumétrico 1000 ml;
- 7) Deixar escorrer a água de lavagem;
- 8) Colocar todas as amostras em uma bandeja e levar para a estufa a 105° C, até peso constante (PST);
- 9) Verificar o peso a cada 30 minutos; até a sua estabilização;
- 10) Colocar as amostras secas no dessecador;

Calcular a porcentagem de lignina pela formula:

$$\%L = \text{PST} - T \times 100$$

Calcular a porcentagem de extrativos totais pela fórmula:

$$\% \text{ ET} = (1 - \text{peso a. s. serragem}) \times 100$$

Calcular a porcentagem de holocelulose através da expressão:

$$\% \text{ Holo} = 100 - \% \text{ ET} - \% \text{ LIG.}$$

Análise química realizada por estagiários do laboratório de qualidade da madeira.

A metodologia foi discutida e instruída apenas uma vez aos estagiários, não sendo necessária outra ajuda posterior. As análises foram executadas facilmente com um perfeito entendimento das etapas descritas nos POP.

4. EQUIPAMENTOS DE PROTEÇÃO INDIVIDUAL E COLETIVO

Sugerimos a utilização dos seguintes equipamentos de proteção individual e coletivo para cada etapa do processo de análise química da madeira (Tabela 1).

Tabela 1 - Equipamentos de Proteção Individual e Coletivo.

Etapas do processo	EPI e EPC recomendados
Preparo de amostras para análise	Óculos de segurança, luvas em tecido metálico, calçado de segurança, guarda-pó de algodão, protetor auricular.
Secagem e pesagem de amostras	Óculos de segurança, calçado de segurança, guarda-pó de algodão e máscara semifacial para poeiras.
<ul style="list-style-type: none"> • Classificação e peneiragem da serragem 	Óculos de segurança, calçados de segurança e guarda-pó.
<ul style="list-style-type: none"> • Secagem e armazenamento da serragem 	Óculos de segurança, luvas de procedimento, calçados de segurança e guarda-pó.
<ul style="list-style-type: none"> • Determinação da umidade da madeira por secagem em estufa 	Óculos de segurança, luvas de proteção ao calor, guarda-pó e calçados de segurança.
Determinação simultânea de extrativos totais, lignina e holocelulose	Óculos de segurança, máscara semifacial com filtro para vapores orgânicos, avental de PVC, luvas de procedimento, guarda-pó de algodão e calçados de segurança.
<ul style="list-style-type: none"> • extrator soxhlet 	EPC: <u>capela</u> de exaustão, com lavador de gases e coifa exaustora.
<ul style="list-style-type: none"> • banho-maria 	Óculos de segurança, luvas de procedimentos, guarda-pó de algodão e calçados de segurança.
<ul style="list-style-type: none"> • lavagem de amostras 	Óculos de segurança, luvas de proteção ao calor, luvas de procedimento, guarda-pó de algodão, calçados de segurança e avental em PVC.
Determinação da lignina e holocelulose	Óculos de segurança, luvas de procedimento, guarda-pó de algodão, calçados de segurança, avental de PVC e máscara semifacial com filtro para vapores ácidos e fumos.
	EPC: Coifa exaustora acoplada a um lavador de gases.

EPI - equipamento de proteção individual

EPC - equipamento de proteção coletiva

5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

A constante evolução no controle de qualidade dos processos em geral, acontece também nos laboratórios de análises químicas, levando à constatação clara de que, apesar de possuímos técnicas avançadas de investigação, não dispomos de ferramentas adequadas de acompanhamento dos processos químicos de rotina em suas diversas etapas, dificultando a padronização dos resultados, como também a garantia da manutenção da técnica dentro dos padrões de excelência. Na falta do laboratorista responsável, as dificuldades e os custos financeiros para a recuperação destas técnicas seriam altos, justamente pela falta do registro adequado dos procedimentos.

É importante que seja empregada metodologia similar para se elaborar os Procedimentos Operacionais Padrão de todos os processos de análise química de rotina do laboratório de qualidade da madeira, como também sugerimos uma verificação da existência de POP para as demais atividades de rotina da *Embrapa Florestas*.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

EMBRAPA. Centro Nacional de Pesquisa de Florestas. **Implantação MGE laboratórios.doc**. Mensagem recebida por: <yara@cnpf.embrapa.br> em out. 2000.

LAVORANTI, O. J. (Comp.). **Práticas de química da madeira**. Colombo: EMBRAPA–CNPf, 1986. 68 p. Não publicado.

SEGURANÇA e medicina do trabalho. 50. ed. São Paulo: Atlas, 2002. 695 p. (Manuais de Legislação Atlas). Lei n. 6.514, de 22 de dezembro de 1977; Normas Regulamentadoras (NR) aprovadas pela Portaria nº 3.214, de 8 de junho de 1978; Normas Regulamentadoras Rurais (NRR) aprovadas pela Portaria nº 3.067, de 12 de abril de 1988; Índices remissivos.