

ORGANIZADORA:

Josiane Freitas Chim

Manual de uso de laboratório de

# análise de alimentos:

orientações gerais



**ORGANIZADORES:**

Josiane Freitas Chim

**Manual de uso de laboratório de**  
**análise de**  
**alimentos:**  
**orientações gerais**

Canoas  
**2023**



## Manual de uso de laboratório de análise de alimentos: orientações gerais.

© 2023 Mérida Publishers

<https://doi.org/10.4322/978-65-84548-11-4>

### Organizadora

Josiane Freitas Chim

### Adaptação da capa e desenho gráfico

Luis Miguel Guzmán



Canoas - RS - Brasil

[contact@meridapublishers.com](mailto:contact@meridapublishers.com)

[www.meridapublishers.com](http://www.meridapublishers.com)

Todos os direitos autorais pertencem a Mérida Publishers. A reprodução total ou parcial dos trabalhos publicados, é permitida desde que sejam atribuídos créditos aos autores.



#### Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) (eDOC BRASIL, Belo Horizonte/MG)

M294 Manual de uso de laboratório de análise de alimentos [livro eletrônico] : orientações gerais / Organizadora Josiane Freitas Chim. – Canoas, RS: Mérida Publishers, 2023.

Formato: PDF

Requisitos de sistema: Adobe Acrobat Reader

Modo de acesso: World Wide Web

Inclui bibliografia

ISBN 978-65-84548-11-4

1. Alimentos – Análise. 2. Alimentos – Manuais de laboratório.  
I. Chim, Josiane Freitas.

CDD 664.0286

Elaborado por Maurício Amormino Júnior – CRB6/2422

## **Autores**

### **Profª Drª Josiane Freitas Chim**

Bacharel em Química de Alimentos - Universidade Federal de Pelotas – RS.

M.Sc. e Drª em Ciência e Tecnologia Agroindustrial pela Universidade Federal de Pelotas - RS.

Professor Associado do Centro de Ciências Químicas, Farmacêuticas e de Alimentos - Universidade Federal de Pelotas.

### **Josiane Bartz**

Bacharel em Química de Alimentos - Universidade Federal de Pelotas – RS.

M.Sc. e Drª em Ciência e Tecnologia de Alimentos pela Universidade Federal de Pelotas - RS.

Cientista do Departamento de Química Analítica do Instituto da Turíngia para Pesquisa em Têxteis e Plásticos – TITK, Alemanha.

### **Profª Drª Mirian Ribeiro Galvão Machado**

Nutricionista – Universidade Federal de Pelotas – RS.

M.Sc. e Drª em Ciência e Tecnologia Agroindustrial pela Universidade Federal de Pelotas - RS.

Professor Associado do Centro de Ciências Químicas, Farmacêuticas e de Alimentos - Universidade Federal de Pelotas.

### **Profª Drª Roberta da Silva e Silva**

Bacharel e Licenciada em Química - Universidade Federal de Pelotas.

MSc. em Ciência e Tecnologia Agroindustrial – Universidade Federal de Pelotas – RS.

Drª em Biologia celular e molecular aplicada à Saúde – Universidade Luterana do Brasil – RS.

Professora do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Sul-Riograndense – Campus Pelotas - Visconde da Graça.

**Profª Drª Rosane da Silva Rodrigues**

Engenheira Agrônoma – Universidade Federal de Pelotas-RS.

M.Sc. em Ciência e Tecnologia Agroindustrial pela Universidade Federal de Pelotas - RS.

Drª em Tecnologia de Alimentos pela Universidade Estadual de Campinas-SP.

Professor Titular do Centro de Ciências Químicas, Farmacêuticas e de Alimentos - Universidade Federal de Pelotas.

**Profª Drª Tatiana Valesca Rodriguez Alicieo**

Engenheira Química – Universidade Federal do Rio Grande – RS.

M.Sc. e Drª em Engenharia Química pela Universidade Estadual de Maringá - PR.

Professor Associado do Centro de Ciências Químicas, Farmacêuticas e de Alimentos - Universidade Federal de Pelotas.

## Índice

<b>INTRODUÇÃO .....</b>	<b>7</b>
<b>CAPÍTULO 1 .....</b>	<b>8</b>
<b>Limpeza e cuidados gerais de pessoal, material e utensílios de laboratório, e medidas de volume</b>	
Josiane Freitas Chim, Mirian Ribeiro Galvão Machado	
<b>CAPÍTULO 2 .....</b>	<b>22</b>
<b>Simbologia de risco e de segurança em laboratório de análise de alimentos</b>	
Roberta da Silva e Silva, Tatiana Valesca Rodriguez Alicieo	
<b>CAPÍTULO 3 .....</b>	<b>43</b>
<b>Procedimentos para pequenos acidentes em laboratório de análises químicas de alimentos</b>	
Rosane da Silva Rodrigues	
<b>CAPÍTULO 4 .....</b>	<b>61</b>
<b>Confiabilidade analítica na análise de alimentos</b>	
Josiane Bartz	
<b>CAPÍTULO 5 .....</b>	<b>77</b>
<b>Erros e incerteza analítica na análise de alimentos</b>	
Josiane Bartz, Mirian Ribeiro Galvão Machado	

## INTRODUÇÃO

---

A experimentação na atividade profissional e pedagógica, principalmente para o ensino de ciência dos alimentos, é de suma importância no que diz respeito à avaliação de processos/produtos e garantia da sua qualidade.

As metodologias utilizadas para a realização de análises químicas envolvem o uso de equipamentos, reagentes e seres humanos os quais interagem frequentemente no ambiente de laboratório. Para que a experimentação seja realizada com eficiência é necessário, além dos procedimentos padrões da metodologia, o conhecimento e a aplicação de normas e medidas de segurança para garantir a saúde do laboratorista e das demais pessoas presentes no ambiente analítico.

É importante que o laboratorista tenha conhecimento sobre os riscos a que está submetido e quais as medidas de controle no caso de um acidente a fim de garantir a sua saúde e principalmente a vida. Para tanto existem procedimentos padrões de higiene e segurança de laboratório que podem garantir a sua integridade.

Este material objetiva contribuir para elucidar profissionais e estudantes da área de alimentos quanto às principais normas e procedimentos de higiene e segurança laboratorial.

## CAPÍTULO 1

---

### **Limpeza e cuidados gerais de pessoal, material e utensílios de laboratório, e medidas de volume**

Josiane Freitas Chim, Mirian Ribeiro Galvão Machado

<https://doi.org/10.4322/mp.978-65-84548-11-4.c1>

A organização e higiene do material de laboratório com os quais se irá trabalhar são de fundamental importância para o sucesso de uma análise. A limpeza dos utensílios, vidrarias e ambiente do laboratório, refletem o bom desempenho das análises químicas a serem executadas, seus resultados e assim reduzem a incidência de acidentes e erros experimentais.

Ao utilizar-se um laboratório de análise de alimentos, seja este de natureza físico-química ou microbiológica, é importante que sejam observadas as regras de segurança. Para tal, faz-se necessário o conhecimento das “Boas práticas de laboratório” (BPL) por todos os usuários.

Durante a execução do processo analítico, é fundamental que o procedimento a ser executado seja previamente estudado, bem como o protocolo de execução obedecido, minimizando os diversos fatores de risco de naturezas diferentes. Desta maneira, pode-se alcançar resultados confiáveis e garantir a segurança do analista e demais usuários e/ou envolvidos.

As normas de segurança visam reduzir riscos no ambiente do laboratório, garantir a segurança dos usuários, evitar danos à saúde e também ao ambiente, além de prejuízos relativos à perda de material e danos aos equipamentos.

Na sequência são destacadas as principais normas de segurança aplicadas em laboratórios, estando separadas quanto ao objetivo ou direcionamento, ou seja, ao pessoal do laboratório e ao ambiente.

## 1. Normas de conduta em laboratório

Algumas instruções e normas para trabalhar em laboratório são fundamentais para a segurança e qualidade dos procedimentos executados. Dentre elas destacam-se:

- Uso indispensável de jaleco, sendo recomendado aqueles em tecido de algodão, pois tecidos sintéticos são facilmente inflamáveis;
- Uso de sapatos fechados e calças compridas com a finalidade de proteger a pele do contato imediato com reagentes químicos em caso de respingo ou acidentes;
- Uso indispensável de óculos de segurança durante o tempo de permanência no laboratório e principalmente durante as análises. Neste contexto, não é recomendável o uso de lentes de contato, pois pode haver danos às lentes e aos olhos em caso de reagentes voláteis ou até mesmo fogo;
- Não desviar a atenção da atividade que está executando;
- Não correr dentro do laboratório;
- Não comer, beber ou fumar dentro do laboratório;
- Não utilizar acessórios como pulseiras, anéis, correntes;
- O laboratório é um ambiente sério de trabalho e, portanto, deve-se evitar qualquer tipo de brincadeiras a fim de evitar acidentes;
- O laboratório deve ser um ambiente restrito, onde somente pessoas autorizadas devem ter acesso. As pessoas que têm acesso ao laboratório devem ser orientadas sobre os riscos químicos, físicos e/ou microbiológicos que estes locais apresentem;
- É proibido o consumo de alimentos e bebidas dentro do laboratório, bem como fumar. Tais atividades devem ser feitas em locais apropriados (refeitórios, copas e áreas externas para fumantes). Este procedimento tem como finalidade evitar incêndio, explosões ou contaminações ao laboratorista;
- A bancada de trabalho deve ser limpa e organizada no início e no término do trabalho, facilitando a organização e mantendo o ambiente limpo;
- Recomenda-se o uso de um caderno de laboratório para que as metodologias das análises fiquem organizadas e sejam de fácil estudo e execução. Neste caderno podem ser apontadas as observações e conclusões importantes de fácil consulta, facilitando a execução das mesmas;

- O laboratorista deve usar jaleco ao adentrar o laboratório, usar óculos de proteção e trajar roupas adequadas conforme mencionado anteriormente;
- É importante que o laboratorista que tiver cabelo comprido, prenda-os, evitando assim que eles caiam no rosto, sobre os frascos e vidrarias que contenham reagentes químicos ou que fiquem expostos perto do fogo;
- Quanto às lavagens de vidrarias estas devem ser efetuadas em água corrente com uso de detergente e após com água destilada em pequeno volume (este procedimento será descrito mais detalhadamente a seguir);
- Quando no processo de lavagem forem usadas soluções de limpeza como: ácido muriático (HCl comercial), água régia (mistura  $\text{HNO}_3$  e HCl concentrado 1:3 v/v), ou NaOH e KOH em etanol, deve-se ter cuidado para evitar contato direto com a pele ou com a roupa. É estritamente proibido pipetar ou aspirar estas soluções pois são corrosivas e seu uso deve ser feito dentro de uma capela. Estas soluções podem ser reaproveitadas e podem retornar ao frasco de origem após seu uso. Em seguida o material deve ser lavado com água corrente e água destilada (procedimento de lavagem de vidraria que será descrito em seguida);
- Deve-se ter cuidado com as substâncias inflamáveis que se estiver manipulando mantendo-as longe da fonte de fogo. É importante neste mesmo contexto, que se verifique se não há vazamento de gás antes de iniciar qualquer trabalho dentro do laboratório, verificando se as mangueiras estão em condições de uso, sem furos, bem adaptadas aos bicos de Bunsen ou às torneiras na saída de gás;
- Deve-se utilizar a capela para qualquer procedimento que envolva reagentes que desprendam gases, principalmente se forem tóxicos;
- No preparo de qualquer solução ou diluição usar sempre água destilada;
- Evitar colocar a mão no rosto e nos olhos quando estiver manipulando reagentes químicos e verificar com cuidado o que diz no rótulo do frasco de reagente e retirar somente a quantidade necessária para a análise, evitando desperdícios;
- Ter cuidado ao manipular ácido concentrado e seguir sempre a regra “**ELE NELA**”, ou seja, adicionar **SEMPRE** o ácido à água, pois caso contrário a reação pode gerar um aumento significativo na temperatura podendo resultar em uma pequena explosão que pode ocasionar acidentes.

Alguns cuidados quanto à armazenagem de reagentes seguem critérios que são listados abaixo:

- Os reagentes devem ser armazenados em armários apropriados, devidamente organizados e identificados e distantes da área de consumo de alimentos. Estes devem ser colocados em local ventilado, protegidos da exposição solar, fontes de calor e ignição, e de altas temperaturas;
- Não se deve armazenar nenhum reagente em recipientes de metal;
- O manuseio e transporte dos materiais e reagentes deve ser feito com cuidado e atenção;
- O estoque de material deve ser devidamente identificado, subdividido em classes de produtos e inspecionado periodicamente para retirada de produtos vencidos ou com embalagens danificadas, as quais devem ter seu destino de acordo com o plano de tratamento de resíduos do laboratório.

## **2. Procedimentos gerais de higiene e manuseio de materiais de laboratório**

Assim como os procedimentos de postura e manuseio de reagentes e vidrarias é fundamental para a segurança de trabalho em laboratório, o processo de limpeza das vidrarias é muito importante para a qualidade das análises realizadas em laboratório. Com base no exposto, a seguir serão explanadas as principais orientações sobre a limpeza e higienização de materiais de laboratório.

Os utensílios de vidro utilizados em laboratório para experimentos e medições, os quais são denominados genericamente de vidrarias, necessitam de higienização de forma efetiva e segura para que garantam a clareza e precisão dos resultados nas análises laboratoriais.

Embora não exista uma maneira ideal para limpeza de materiais de laboratório, algumas recomendações são importantes na rotina de higiene, a fim de garantir a qualidade e segurança dos experimentos, tanto para o operador quanto para a análise em si.

De maneira geral os materiais sólidos devem ser descartados em lixo apropriado, seguindo as regras de gerenciamento de resíduos sólidos, elaboradas de acordo com a natureza e realidade de cada laboratório. Os materiais líquidos também não devem ser eliminados diretamente na pia. Estes devem ser separados e classificados de acordo com a sua natureza química; coletados em recipientes de descarte adequados e identificados para

posteriormente serem encaminhados ao local de descarte e sofrer o tratamento adequado.

As aparelhagens de vidro ou plástico devem ser inicialmente lavadas em água corrente, utilizando esponja ou escova adequada ao formato da vidraria, utilizando-se detergente para facilitar a eliminação de sujidades, principalmente gorduras. Para materiais que estão mais sujos, sugere-se deixar a vidraria imersa (de molho) preferencialmente em água morna com detergente, por pelo menos 4 horas, e após lavar novamente em água corrente. O detergente mais indicado para uso em ambiente laboratorial é o do tipo neutro, contudo outros detergentes podem ser utilizados normalmente, levando em consideração a presença de grupos fosfatos e a biodegradabilidade dos mesmos.

Materiais que apresentam particularidades como resíduos de material carbonizado devem ser lavados inicialmente com ácido clorídrico concentrado, sempre com a utilização de luvas de proteção para manipular este tipo de solução, e após lavar normalmente com detergente e enxaguar em água corrente. Utensílios que apresentam resíduos de gordura devem ser deixadas em imersão por alguns minutos em acetona comercial ou solução de hidróxido de potássio a 4%, e após serem lavadas com detergente e água, seguido de enxague.

Vale ressaltar que o uso de material abrasivo como esponjas deve ser evitado na limpeza de vidraria de laboratório a fim de que não causem ranhuras no material. Vidros riscados podem ficar propensos a quebrar durante o uso, pois qualquer marca, risco ou ranhura na superfície do vidro pode se tornar um ponto de quebra potencial, principalmente quando aquecido. O uso de escovas de cerdas macias e de diferentes tamanhos, de acordo com o tipo de vidraria, é amplamente recomendável para a lavagem deste tipo de material.

É importante ressaltar que após a lavagem correta dos materiais, estes devem passar por uma última etapa que é o enxague com água destilada, tendo-se o cuidado de pegar o material com as pontas dos dedos para não engordurar novamente a vidraria.

Recipientes de vidro estão suficientemente limpos quando as paredes molhadas apresentam um filme de água contínuo e uniforme.

Segue o procedimento de lavagem das principais vidrarias utilizadas em laboratório:

- Limpeza de pipetas: Para a melhor higienização das pipetas, sejam elas analíticas ou volumétricas, as mesmas devem ser colocadas logo após seu uso dentro de recipiente alto contendo água com detergente, em nível suficiente para imergi-las, com as pontas para baixo. Para evitar a quebra das pontas das pipetas, deve-se colocar algodão ou pedaço de pano de algodão no fundo deste recipiente que contém as pipetas em imersão. O tempo de repouso nesta solução detergente deve ser de pelo mínimo 15 minutos.

Após este estado de repouso, deve-se drenar esta solução de limpeza fazendo correr água potável ao longo das pipetas para remoção da solução detergente e juntamente com ela as sujidades que constavam na pipeta. Após este procedimento as pipetas devem ser submergidas em água destilada por 1 hora. Posteriormente à retirada da água destilada e novo enxague, as partes externas das pipetas analíticas e volumétricas devem ser secas com papel toalha e as mesmas agitadas para remoção do excesso de água da parte interna. No caso das pipetas analíticas estas podem completar sua secagem em estufas a temperatura de 80 – 90°C, já as pipetas volumétricas devem completar sua secagem à temperatura ambiente para evitar a descalibragem das vidrarias.

Após a secagem as pipetas devem ser guardadas em recipientes ou gavetas que evitem o contato com o ar ambiente e poeira.

No caso específico de pipetas analíticas que são usadas em laboratórios clínicos ou de microbiologia estas devem ser esterilizadas juntamente com os demais materiais de vidro utilizados em laboratório, utilizando o protocolo de esterilização.

- Limpeza de bureta: Para a limpeza deste tipo de material primeiramente deve-se remover a torneira plástica ou ponteira de borracha, lavando-as separadamente para remoção das sujidades, enxaguando-as em seguida. As lavagens das buretas em si devem seguir o mesmo protocolo da lavagem das pipetas, colocando-as em recipientes altos com solução detergente, seguida de lavagem em água corrente e finalizando com enxague em água destilada.

Após a lavagem, as buretas devem ser secas à temperatura ambiente ou em estufa de modo semelhante ao executado com as pipetas. As torneiras ou ponteiras de borrachas secas devem ser recolocadas nas buretas com o auxílio de lubrificantes apropriados, como exemplo a vaselina. Quando estão fora de

uso, as buretas devem ser cobertas para evitar a entrada de poeira ou outras sujidades que possam interferir nas análises.

Logo após a lavagem, os materiais de vidro devem ser colocados em estufa com temperaturas próximas ao ponto de ebulição da água, normalmente na faixa de 105°C. Materiais plásticos devem secar na bancada à temperatura ambiente.

Para a vidraria volumétrica seguem-se os mesmos procedimentos de lavagem, no entanto, deve-se proceder a secagem à temperatura ambiente; nunca devem secar em estufa, pois as altas temperaturas podem descalibrar os materiais volumétricos o que compromete a exatidão da sua medição.

Dica importante na rotina de limpeza de laboratório é evitar secar as vidrarias com pano, toalha ou material similar, pois impurezas ou pequenos fragmentos de fibra podem aderir ao material e influenciar na medição em que será utilizado.

Caso seja necessária a utilização de vidrarias que ainda estejam secando naturalmente, por falta de material por exemplo, estas devem ser lavadas com acetona duas ou três vezes para facilitar sua secagem e para que a umidade residual presente não interfira na análise ou ainda pode-se ambientar com a própria solução ou reagente que irá se utilizar na análise.

O estado de limpeza de uma vidraria pode ser visto pelo grau de escoamento da água de lavagem, se forem detectadas gotículas ou uma película não uniforme de água aderente às paredes internas da vidraria, então é necessário a lavagem novamente, para melhorar a sua limpeza.

A lavagem de vidraria de forma mais simples é feita utilizando detergente com água potável, enxágue e finalizando com a água destilada.

Para análises com maior grau de confiabilidade é importante que a lavagem da vidraria utilizada seja realizada de forma efetiva, pois o vidro costuma adquirir uma persistente camada superficial de gordura e outros materiais que repelem a água, fazendo com que a fina camada de água que fica na superfície, depois de escorrer, se retraia, formando gotas que não escorrem facilmente. Essas gotas que ficam na vidraria, por exemplo no preparo de uma solução, podem falsear o resultado de medidas mais precisas. Para estes casos é recomendável o uso de álcool ou acetona no enxágue final da lavagem a fim de remover esta camada superficial de gordura remanescente.

#### Cuidados extras com vidrarias de laboratório:

- Não se deve mergulhar a vidraria molhada ou contaminada no frasco de solução. O procedimento correto é derramar uma pequena quantidade da solução em um recipiente limpo e seco, e pipetar a partir desse outro recipiente. Nunca se deve devolver o excesso de solução não utilizada na análise ao frasco original para evitar contaminações. O correto a se fazer é retirar do frasco a quantidade suficientemente necessária para a análise, evitando desperdícios.
- Quando uma determinada vidraria não teve tempo suficiente para secar, deve-se ambientá-la com a solução que irá ser realizada a análise. Ex.: Uma bureta que ainda está molhada, antes da análise, deve-se utilizar uma pequena quantidade da solução que será utilizada na análise, fazendo-se passar esta solução pelas paredes internas da bureta (por no mínimo 2 vezes), ambientando-a com a solução e removendo a água de lavagem remanescente e em seguida desprezando este líquido.
- Quando o material volumétrico estiver molhado não há prejuízo na medida volumétrica se esta vidraria for molhada com o mesmo líquido que vai ser utilizado na medição do volume. Contudo, o mesmo não se aplica se o material volumétrico estiver molhado com outros solventes, pois estes serão incorporados à solução, contaminando-a.
- Na secagem deve-se ter cuidado com as vidrarias volumétricas, conforme já mencionamos anteriormente. O material volumétrico não pode ser aquecido, pois perde sua calibração.

### **3. Procedimentos gerais de limpeza do laboratório**

O laboratório deve ser mantido limpo e organizado e esta limpeza geral deve ser feita diariamente para remoção de lixo e sujidades.

A limpeza deve estar de acordo com a gestão de resíduos do laboratório, dando o destino correto para cada tipo de resíduo sólido ou líquido produzido, sendo de responsabilidade do laboratorista a segregação, neutralização e descarte dos resíduos de acordo com o protocolo de descarte de resíduos do laboratório que se esteja trabalhando. No caso de vidrarias quebradas estas devem ser devidamente embaladas, acondicionadas em coletores próprios de materiais perfurocortantes evitando cortes aos manipuladores, e devidamente encaminhadas para a reciclagem.

É sugerido que mensalmente seja feita uma limpeza geral nas estruturas físicas do ambiente do laboratório incluindo vidros, teto, paredes, bancadas e pisos, com supervisão do técnico de laboratório responsável. As limpezas dos laboratórios devem seguir a sequência: teto, paredes e piso com a finalidade de remoção mais efetiva dos resíduos. A limpeza dos tetos deve seguir o sentido unidirecional, os pisos devem ser limpos de trás para frente e as paredes de cima para baixo, evitando-se movimentos de vaivém que possam contaminar superfícies já limpas.

Atentar para cuidados ao manipular equipamentos durante a limpeza pois estes podem sofrer desestabilização devido a sua sensibilidade. Vale ressaltar a importância de sempre limpar os equipamentos após o uso para que não contaminem outros materiais e o equipamento se preserve por mais tempo.

Na limpeza de pisos não se deve utilizar ceras ou qualquer material que deixe o piso escorregadio, o ideal é o uso de desinfetante à base de água e é importante proceder à secagem do piso para evitar quedas.

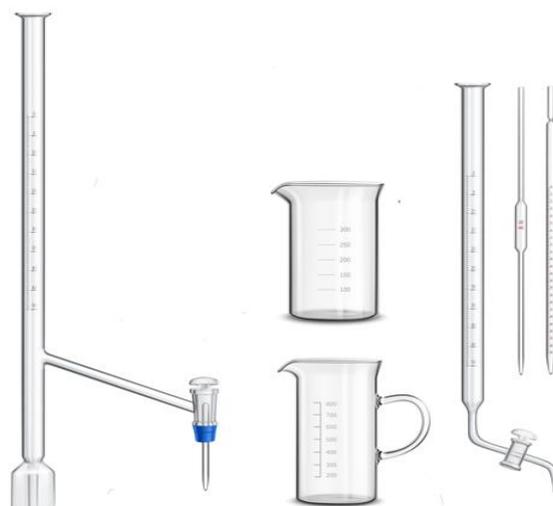
#### **4. Medidas de volume**

As vidrarias de laboratório são calibradas para as funções conter, identificadas com as iniciais TC (*to contain*); ou drenar, com as iniciais TD (*to drain*), e com os respectivos volumes gravados.

Para medidas aproximadas de volumes de líquidos, normalmente se usa pipetas graduadas, provetas ou béqueres, enquanto que para medidas mais precisas se usa vidraria volumétrica (pipetas, buretas e balões), conforme exemplos na Figura 1.

A medida de volume deve ser efetuada através da leitura do menisco, ou seja, comparando-se o nível do líquido que está sendo medido com os traços marcados na parede do recipiente. O menisco é a interface entre o ar e o líquido a ser medido e é formado pela atração do líquido pelo vidro, compreendendo a linha curva formada pela superfície do líquido que está contido dentro do recipiente.

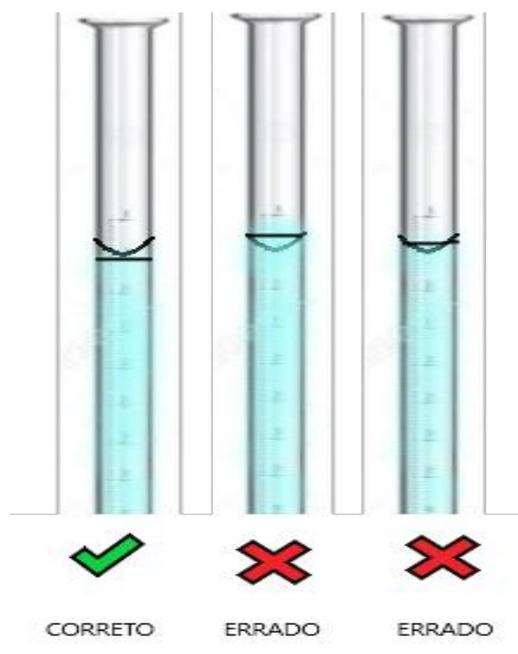
O ajuste do menisco e sua correta leitura são fatores fundamentais para garantir a exatidão das calibrações e análises.



**Figura 1.** Exemplos de vidrarias utilizadas em medidas de volumes.

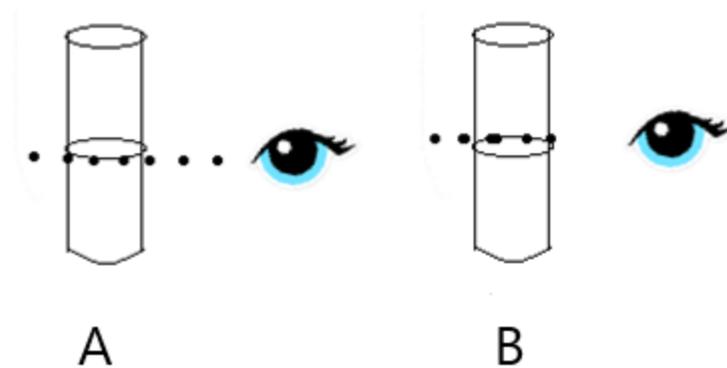
A leitura correta do menisco é essencial para a determinação efetiva do volume de qualquer líquido contido dentro da vidraria e a medição depende diretamente do desempenho e experiência do operador.

A maneira correta de fazer a leitura do menisco é a observação na altura dos olhos do operador (perpendicular à escala graduada) ou seja, a parte inferior do menisco deve ficar horizontalmente tangente ao plano superior ao traço de graduação do recipiente. Este procedimento está exemplificado na Figura 2.



**Figura 2.** Leitura e ajuste do menisco durante uma medida de volume.

A leitura do menisco ao nível para líquidos claros deve ser feita na parte inferior do menisco, estando a linha de visão do operador perpendicular à escala graduada, para evitar erros. Com líquidos escuros, a leitura é feita na parte superior do menisco, visto que a parte inferior do menisco não pode ser observada com clareza (Figura 3).

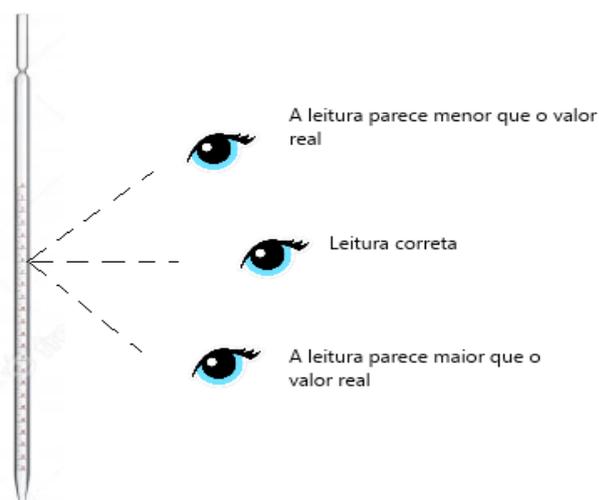


**Figura 3.** Leitura de menisco em líquidos claros (A) e líquidos escuros (B), respectivamente.

## 5. Principais fontes de erro na leitura

As medidas de volume são precisas até a segunda casa decimal, diferentemente das medidas de massa que apresentam precisão até a quarta casa decimal, sendo, portanto, menos precisas que as medidas de massa. Adicionalmente a este fato, existem outras fontes de erros nas medidas de líquidos:

- Falha na calibração das vidrarias volumétricas;
- Contrações e dilatações acarretadas pelas variações de temperatura;
- Erros de leitura causados pelo operador na mudança do ângulo de visão na medição do menisco -erro de paralaxe (Figura 4);
- Aderência natural do líquido às paredes internas das vidrarias, mesmo que estejam limpas e secas;
- Medição de volumes de soluções quentes. A dilatação por ação do calor causa erros de medição, sendo importante o equilíbrio térmico antes da aferição;
- Utilização de vidraria inadequada para medição de volumes;
- Uso de material sujo ou molhado;
- Formação de bolhas dentro do recipiente de medição.



**Figura 4.** Formas de leitura do menisco dependente do ângulo de visão do operador.

Os conhecimentos práticos e específicos sobre as diversas vidrarias utilizadas auxiliam na redução de erros de medição. Neste contexto, quando se utiliza pipetas e buretas, deve-se deixar que o líquido escorra a uma velocidade uniforme e moderada, minimizando erros de medição.

No caso das pipetas volumétricas, ao final de uma transferência de líquidos, elas retêm sempre uma pequena quantidade de líquido na sua extremidade inferior, esta “última gota” é considerada na calibração e deverá ser sempre desprezada.

## 6. Calibração de material volumétrico

A vidraria volumétrica já vem calibrada de fábrica, porém ao longo do uso e da rotina de laboratório torna-se necessário a verificação se o volume que se está medindo é correto.

A periodicidade da calibração depende do tipo, frequência de uso, experiências de calibrações anteriores e das características da vidraria. O uso de substâncias agressivas e ou altas temperaturas pode afetar a metrologia deste tipo de material. A recomendação geral é que a periodicidade de calibração de instrumentos, com e sem êmbolo, seja de 1 ano e 3 anos, respectivamente.

Um método para a aferição da calibração de um aparelho volumétrico é através da seguinte forma: determina-se a massa do volume de água destilada

contida ou liberada do material volumétrico de interesse, à temperatura conhecida. O volume é determinado a partir da equação:

$$V = m - d$$

Onde: O volume (**V**) é calculado a partir da razão entre a densidade da água (**d**) a determinada temperatura (referência) pela massa de água, obtida experimentalmente em balança analítica.

A calibração deve ser realizada, em duplicata, e o erro relativo (**Er**) entre as duas medidas não deve ultrapassar 1%, conforme a equação abaixo:

$$Er = (V1-V2).1000/Vm \text{ (volume médio)}$$

Onde: V1 e V2 são os volumes da pipeta da primeira medida e da segunda medida, respectivamente. Vm é a média entre estes dois volumes.

## 7. Referências bibliográficas

Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Guia para qualidade em química analítica: Uma assistência a acreditação** = Guide to quality in analytical chemistry: an aid to accreditation / Agência Nacional de Vigilância Sanitária; tradução Gerência-Geral de Laboratórios em Saúde Pública— 1.ed., Brasília: ANVISA, 2004. 80 p.

CAVALCANTI, G. de O. **Manual de segurança para laboratórios**. Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Norte – Campus Central. 2016. 48 p. Disponível em: <https://portal.ifrn.edu.br/ifrn/campus/natalcentral/cissp/lateral/manuais/manual-de-seguranca-dos-laboratorios-v.01>. Acesso em: 09/08/2021.

CECCHI, H. M. **Fundamentos teóricos e práticos em análise de alimentos**. 2.ed., Campinas: UNICAMP, 2003. 207 p.

DEBACHER, N. A.; SPINELLI, A; NASCIMENTO, M. G. **Manual de regras básicas de segurança para laboratórios de química, gerenciamento e procedimentos para disposição final**. Universidade Federal de Santa Catarina, Departamento de Química, 2008. 30 p.

DE CASTRO PEREIRA, M. E. et al. Aspectos de biossegurança na limpeza e higiene laboratorial. **Biossegurança de OGM (uma visão integrada)**, 2009. 336 p.

DO COUTO, H. A. R. Limpeza nos laboratórios: procedimentos e cuidados especiais. Manaus: **Embrapa Amazônia Ocidental-Documents (INFOTECA-E)**, 2011. 17 p.

DEL PINO, J. C.; KRÜGER, V. **Segurança no laboratório**. Porto Alegre: UFRGS. Instituto de Química. s.d., 125p.

FELTES, M. M. C.; DALLA ROSA, A.; DORS, G. C.; GONÇALVES, L.; GONZALES, S. L. **Procedimentos operacionais padronizados de bromatologia de alimentos**. Blumenau: Instituto Federal Catarinense, 2016. 172 p.

FREEPIK. Disponível em: <https://br.freepik.com/fotos-vetores-gratis/vidraria-de-laboratorio>. Acesso em: 11/08/2021.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ (IAL). **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. 4.ed., São Paulo: IAL, 2008. 1018 p.

Guia Relacre 1. **Calibração de material volumétrico**. 3.ed., s.d., 46 p. Disponível em: [https://www.relacre.pt/assets/relacreassets/files/commissionsandpublications/GuiaRELACRE1\\_Ed\\_3.pdf](https://www.relacre.pt/assets/relacreassets/files/commissionsandpublications/GuiaRELACRE1_Ed_3.pdf). Acesso em: 12/08/2021.

**Manual de conduta em laboratório de Química e Normas de segurança**. CCEN – Centro de Ciências Exatas e da Natureza. Departamento de Química. Química Geral e Inorgânica Experimental. Universidade Federal da Paraíba. s.d., 15p. Disponível em: <http://www.quimica.ufpb.br/arymaia/MANUAL%20DE...pdf>. Acesso em: 09/08/2021.

MINISTÉRIO DA CIÊNCIA, TECNOLOGIA E INOVAÇÃO. **Manual de procedimentos de segurança do trabalho para laboratórios de pesquisa**. Disponível em: <https://www.ipen.br/biblioteca/slr/cel/0133>. Acesso em: 10/02/2020.

SILVA, L. **Aulas práticas de química analítica**. Juiz de Fora: UFJF, 2011. 31 p.

UNICAMP. Normas de Segurança - CCS NANO. Disponível em: <https://www.ccs.unicamp.br/novosite/wp-content/uploads/2012/10/seguranca.pdf>. Acesso em: 20/03/2021.

ZOCHIO, L. B. **Biossegurança em laboratórios de análises clínicas**. Academia de ciência e tecnologia. São José do Rio Preto, 2009. 23 p.

---

## Simbologia de risco e de segurança em laboratório de análise de alimentos

Roberta da Silva e Silva, Tatiana Valesca Rodriguez Alicieo

<https://doi.org/10.4322/mp.978-65-84548-11-4.c2>

A sinalização de segurança é utilizada no local de trabalho para orientar os trabalhadores em relação aos riscos existentes nesses ambientes. No Brasil, a Portaria nº3214, de 08 de junho de 1978, do Ministério do Trabalho institui as Normas Regulamentadoras (NR) relativas à Segurança e Medicina do Trabalho. A NR26 estabelece medidas quanto à sinalização e identificação de segurança a serem adotadas nos locais de trabalho. Estas medidas de prevenção se aplicam aos estabelecimentos ou locais de trabalho, incluindo laboratório de análise de alimentos.

### 1. Simbologia das cores

De acordo com a NR26, as cores são utilizadas com a finalidade de prevenir acidentes, identificar os equipamentos de segurança, delimitar áreas, identificar e advertir sobre riscos existentes no ambiente de trabalho, além de identificar tubulações de líquidos e gases. De acordo com essa normativa, as cores são utilizadas como segue:

- 1) Vermelho: usado para distinguir e indicar equipamentos e aparelhos de proteção e combate à incêndio; tais como caixa de alarme de incêndio; hidrantes; bombas de incêndio; sirenes de alarme de incêndio; caixas com cobertores para abafar chamas; extintores e sua localização; localização de mangueiras de incêndio, transporte com equipamentos de combate à incêndio; portas de saídas de emergência; etc.
- 2) Amarelo: empregado para indicar “Cuidado!”; assinalando partes baixas de escadas portáteis; corrimões, parapeitos, pisos e partes inferiores de escadas que apresentem risco; faixas no piso da entrada de elevadores e plataformas de

carregamento; meios-fios, onde haja necessidade de chamar atenção; vigas colocadas a baixa altura; etc. Em canalizações, deve-se utilizar o amarelo para identificar gases não liquefeitos.

3) Branco: empregado para delimitar áreas; passarelas e corredores de circulação, por meio de faixas (localização e largura); direção e circulação, por meio de sinais; localização e coletores de resíduos; localização de bebedouros; áreas em torno dos equipamentos de socorro de urgência, de combate à incêndio ou outros equipamentos de emergência; áreas destinadas à armazenagem; zonas de segurança.

4) Preto: empregado para indicar as canalizações de substâncias inflamáveis e combustíveis de alta viscosidade (ex: óleo lubrificante, asfalto, óleo combustível, alcatrão, piche, etc.). Poderá ser usado em substituição ao branco, ou combinado a este, quando condições especiais o exigirem.

5) Azul: utilizado para indicar “Cuidado!”, ficando o seu emprego limitado a avisos contra uso e movimentação de equipamentos, que deverão permanecer fora de serviço. Também empregado em canalizações de ar comprimido; prevenção contra movimento acidental de qualquer equipamento em manutenção; avisos colocados no ponto de arranque ou fontes de potência.

6) Verde: é a cor que caracteriza “Segurança”. Empregado para identificar: canalizações de água; caixas de equipamento de socorro de urgência; caixas contendo máscaras contra gases; chuveiros de segurança; fontes lavadoras de olhos; quadros para exposição de cartazes, boletins, avisos de segurança, etc.; localização de EPI; caixas contendo EPI; dispositivos de segurança; etc.

7) Laranja: empregado para identificar: canalizações contendo ácidos; partes móveis de máquinas e equipamentos; partes internas das guardas de máquinas que possam ser removidas ou abertas; faces internas de caixas protetoras de dispositivos elétricos; faces externas de polias e engrenagens; dispositivos de corte, borda de serras, prensas, etc.

8) Púrpura: usada para indicar os perigos provenientes das radiações eletromagnéticas penetrantes de partículas nucleares. Deverá ser empregada em: portas e aberturas que dão acesso a locais onde se manipulam ou armazenam materiais radioativos ou materiais contaminados pela radioatividade; locais onde tenham sido enterrados materiais e equipamentos contaminados; recipientes de materiais radioativos ou de refugos de materiais e equipamentos

contaminados; sinais luminosos para indicar equipamentos produtores de radiações eletromagnéticas penetrantes e partículas nucleares.

9) Lilás: usado para indicar canalizações que contenham álcalis. As refinarias de petróleo poderão utilizar o lilás para a identificação de lubrificantes.

10) Cinza: cinza claro – deverá ser usado para identificar canalizações em vácuo; e cinza escuro – deverá ser usado para identificar eletrodutos. Alumínio: utilizado em canalizações contendo gases liquefeitos, inflamáveis e combustíveis de baixa viscosidade (ex. óleo diesel, gasolina, querosene, óleo lubrificante, etc.).

## **2. Sinalização luminosa**

A sinalização luminosa é empregada para indicar a presença de pessoas em áreas confinadas tais como câmaras escuras, salas de imunofluorescência, câmaras assépticas, laboratórios fotográficos e outras. As saídas de emergência bem como as rotas de escape (no caso de ser necessária uma desocupação rápida da área) deverão também ser providas de sinalização luminosa, conectadas a uma fonte de suprimento de energia de emergência.

## **3. Mapeamento de riscos ambientais (MRA)**

Segundo a NR9 da Portaria MT nº3214/78, o Mapeamento de Riscos Ambientais (MRA) tornou-se obrigatório em todas as empresas que possuem CIPA (Comissão interna de prevenção de acidentes), através da Portaria nº5, de 17/08/92, do Ministério do Trabalho e da Administração (denominação da época). A finalidade é constituir uma representação gráfica, de modo que venha a servir de informação aos trabalhadores, dando conhecimento dos riscos inerentes à cada etapa de trabalho. O MRA é um método utilizado para registro e informação dos riscos presentes nos ambientes de trabalho, servindo para alertar sobre as possíveis consequências que podem afetar a saúde dos trabalhadores.

Para a elaboração do mapa de risco são utilizadas cores para identificação dos perigos, a cor vermelha representa o risco químico, a cor marrom o risco biológico, a cor verde o risco físico, a cor amarela o risco ergonômico e a cor azul o risco mecânico.

Consideram-se agentes químicos as substâncias, compostos ou produtos que possam penetrar no organismo pela via respiratória, nas formas de poeiras, fumos, névoas, neblinas, gases ou vapores, ou que, pela natureza da atividade de exposição, possam ter contato ou ser absorvidos pelo organismo através da pele ou por ingestão. Os riscos biológicos são as bactérias, fungos, bacilos, parasitas, protozoários, vírus, entre outros. Entende-se por risco físico as diversas formas de energia a que possam estar expostos os trabalhadores, tais como: ruído, vibrações, pressões anormais, temperaturas extremas, radiações ionizantes, radiações não ionizantes e o ultrassom. O risco ergonômico está relacionado com esforços físicos intensos, ritmos excessivos de trabalho, postura inadequada, situações que possam causar estresse físico ou psíquico. Os riscos mecânicos englobam o trabalho com máquinas e ou equipamentos com arranjo inadequado ou sem proteção, iluminação ou ferramentas inadequadas, ou outras situações que possam ocasionar acidentes.

A intensidade dos riscos é representada pelo tamanho do círculo, grande, médio ou pequeno utilizado na elaboração do mapa, conforme a figura 1.



**Figura 1.** Representação dos riscos no MRA.

No MRA deve constar: o agente de risco existente no ambiente de trabalho; o grau de intensidade do risco (Leve, Médio, Elevado), as consequências ou danos para a saúde que podem ocorrer; as medidas de controle dos agentes de risco no ambiente de trabalho.

O MRA de cada setor de produção, e de toda a empresa, deve ser afixado em local visível para dar conhecimento aos trabalhadores e deve ser trabalhado de forma dinâmica devendo ser atualizado ou modificado, conforme tenham sido eliminados, alterados ou acrescidos os riscos inerentes ao processo de produção.

## **4. Sinalização de identificação de produto químico**

### **4.1. Rótulos**

De acordo com a NR26, que dispõe sobre sinalização de segurança, os produtos químicos devem ser classificados quanto aos perigos para a segurança e saúde daqueles que os utilizarão. Os critérios para essa classificação são os mesmos estabelecidos pelo Sistema Globalmente Harmonizado de Classificação e Rotulagem de Produtos Químicos (do inglês GHS - *Globally harmonized system of classification and labelling of chemicals*).

O Sistema Globalmente Harmonizado de Classificação e Rotulagem de Produtos Químicos foi iniciado na Conferência das Nações Unidas sobre o Meio Ambiente e Desenvolvimento (Cnumad), no Rio de Janeiro, em 1992, e é um conjunto de regras, entre outras, de classificação e de rotulagem de produtos químicos, que visa estabelecer uma comum e consistente base de classificação e comunicação de perigos do produto químico perigoso. A primeira versão do GHS foi publicada em 2003, através do livro roxo (*purple book*), sofrendo atualizações a cada 2 anos. O sistema contempla 16 classes de perigos físicos, 10 classes de perigos à saúde e 3 classes de perigos ambientais.

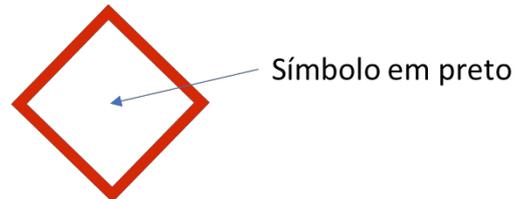
Produtos químicos classificados como perigosos à segurança e saúde das pessoas devem apresentar rotulagem preventiva elaborada seguindo os procedimentos definidos pelo GHS. A rotulagem preventiva é um conjunto de elementos com informações escritas, impressas ou gráficas, relativas a um produto químico, que deve ser afixada, impressa ou anexada à embalagem que o contém.

A rotulagem preventiva deve conter os seguintes elementos:

- identificação e composição dos produtos químicos;
- pictograma(s) de perigo;
- palavra de advertência;
- frase(s) de perigo;
- frase(s) de precaução;
- informações suplementares.

O(s) perigo(s) associado(s) ao produto químico perigoso deve(m) ser informado(s) no rótulo por meio de seus pictogramas de perigo. O desenho e a modulação destes pictogramas devem ser elaborados conforme a norma brasileira da Associação Brasileira de Normas Técnicas, a ABNT NBR 7500, que versa sobre a identificação para o transporte terrestre, manuseio, movimentação e armazenamento de produtos.

Estes pictogramas devem consistir em um símbolo preto, sobre um fundo branco e com uma borda vermelha (Figura 2). Quando este pictograma for utilizado em embalagens não destinadas à exportação, a borda pode ser na cor preta.



**Figura 2.** Representação de um pictograma de perigo.

## 5.2. Substâncias inflamáveis

São substâncias que podem pegar fogo na presença de uma fonte de ignição (chama, faísca, eletricidade). Podem ser: Extremamente inflamáveis (ex. éter), Facilmente inflamáveis (ex. gasolina), Inflamáveis (ex. querosene).

Descrição do símbolo empregado: chama.

## 5.3. Substâncias explosivas

São substâncias ou misturas que apresentam riscos de explosão sob o efeito de uma chama, do calor, de um golpe ou fricção. Exemplos: TNT – trinitrotolueno, ácido pícrico, nitrocelulose, pólvora negra, pólvora branca.

Descrição do símbolo empregado: bomba explodindo.

#### **5.4. Substâncias comburentes ou oxidantes**

São substâncias que, em caso de incêndio, aumentam a violência da reação e favorecem a propagação rápida do fogo. Podem provocar incêndios espontâneos quando em contato com materiais combustíveis. Exemplos: oxigênio, ácido nítrico, água oxigenada concentrada.

Descrição do símbolo empregado: chama sobre círculo.

#### **5.5. Substâncias corrosivas**

São substâncias que podem provocar lesões na pele – destruição de tecidos ou queimaduras – e atacar a madeira, os metais e matérias plásticas. Exemplos: ácido sulfúrico concentrado, ácido nítrico, soda cáustica.

Descrição do símbolo empregado: corrosão.

#### **5.6. Substâncias irritantes**

São substâncias que podem provocar lesões na pele ou mucosas de natureza inflamatória (ex. dermatites). Exemplos: ácido sulfúrico diluído, água sanitária, solventes (tolueno, benzina).

Descrição do símbolo empregado: ponto de exclamação.

#### **5.7. Substâncias tóxicas**

São substâncias que podem provocar danos graves ao entrar em contato com o ser humano através da inalação, ingestão ou contato, podem causar queimaduras, intoxicação e em alguns casos a morte. Exemplos: metanol, amoníaco, benzeno e dissulfeto de carbono.

Descrição do símbolo empregado: crânio e ossos cruzados.

#### **5.8. Substâncias nocivas para o meio ambiente**

São substâncias que podem causar danos à flora, fauna, população humana ou degradar o ambiente quando lançados no ar, solo ou águas. Exemplos: pesticidas, agroquímicos, metais pesados, resíduos tóxicos, produtos químicos de uso doméstico, solventes clorados, CFCs, ácidos fortes, cianeto de sódio.

Descrição do símbolo empregado: meio ambiente.



**Figura 3.** Exemplos de pictogramas de perigo.

Os trabalhadores devem receber treinamento para compreender a rotulagem preventiva e a ficha com dados de segurança do produto químico, bem como sobre os perigos, riscos, medidas preventivas para o uso seguro e procedimentos para atuação em situações de emergência com o produto químico.

A Portaria nº 704, de 28 de maio de 2015, do Ministério do Trabalho e Emprego (denominação à época) alterou pontualmente a norma, dispensando das obrigações relativas à rotulagem preventiva os produtos notificados ou registrados como saneantes na Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), os quais devem observar as regras de rotulagem estabelecidas pela agência.

**Palavras de advertência:** são palavras usadas para indicar o nível relativo de severidade do perigo e alertar o leitor para um perigo potencial no rótulo. São exemplos de palavras de advertência: Perigo e Atenção. A primeira se usa para as categorias mais graves de perigo, a segunda é reservada para categorias menos graves.

**Frases de perigo:** são frases designadas para uma classe de perigo e categoria que descreve a natureza do perigo de um dado produto, incluindo, quando apropriado, o grau de perigo. São exemplos de frases de perigo: “Perigo de explosão em massa”; “Gás extremamente inflamável” e “Muito tóxico para os organismos aquáticos”.

**Frases de precaução:** são frases ou pictogramas que descrevem medidas recomendadas que podem minimizar ou prevenir efeitos adversos resultantes da exposição a produtos perigosos, armazenagem ou manuseio impróprio de produtos perigosos. Existem frases de precaução: geral, de prevenção (“Mantenha longe de aquecimento, superfícies quentes, chamas abertas e outras fontes de ignição. Não fume”) de resposta à emergência (“Em caso de fogo, evacue a área”), para armazenamento (“Armazene de acordo com as especificações do fabricante”) e para descarte (“Descarte o conteúdo de acordo com as especificações.”).

## 6. Ficha de segurança de produtos químicos

A ficha de informações de segurança de produtos químicos (FISPQ) fornece informações sobre vários aspectos de produtos químicos (substâncias ou misturas) quanto à proteção, à segurança, à saúde e ao meio ambiente. A FISPQ fornece, para esses aspectos, conhecimentos básicos sobre os produtos químicos, recomendações sobre medidas de proteção e ações em situação de emergência. Em alguns países, essa ficha é chamada *Safety Data Sheet* (SDS). A FISPQ também é conhecida como Ficha de Dados de Segurança (FDS).

De acordo com a ABNT NBR 14725-4, uma FISPQ deve fornecer as informações sobre o produto químico seguindo as seções abaixo, cujos títulos, numeração e sequência não podem ser alterados. São elas:

- 1 - Identificação do produto e da empresa
- 2 - Identificação de perigos
- 3 - Composição e informações sobre os ingredientes
- 4 - Medidas de primeiros-socorros
- 5 - Medidas de combate a incêndio
- 6 - Medidas de controle para derramamento ou vazamento
- 7 - Manuseio e armazenagem
- 8 - Controle de exposição e proteção individual
- 9 - Propriedades físicas e químicas
- 10 - Estabilidade e reatividade
- 11 - Informações toxicológicas
- 12 - Informações ecológicas
- 13 - Considerações sobre tratamento e disposição

14 - Informações sobre transporte

15 - Regulamentações

16 - Outras informações

Cada seção da FISPQ é correspondente ao seu título-padrão e deve ser preenchida de acordo com as instruções e recomendações dispostas na ABNT NBR 14725-4.

## 7. Natureza dos reagentes químicos (classes)

O uso de produtos químicos para melhorar a vida é uma prática largamente utilizada no mundo inteiro. Mas junto aos benefícios desses produtos, estão também os potenciais efeitos adversos que eles podem causar às pessoas e ao meio ambiente. Identificar os produtos e seus riscos fornecendo dados através de rótulos e fichas de segurança permite que sejam adotadas medidas para reduzir e, até mesmo, evitar acidentes.

Assim, a Organização das Nações Unidas (ONU) classificou os produtos perigosos utilizando critérios técnicos, em nove classes de riscos e respectivas divisões, conforme Figura 4.

<p>Classe 1 <b>Explosivos</b></p>	<p>Divisão 1.1 Substâncias e artigos com perigo de explosão em massa. Divisão 1.2 Substâncias e artigos com perigo de projeção. Divisão 1.3 Substâncias e artigos com perigo de fogo. Divisão 1.4 Substâncias e artigos com nenhum perigo de explosão significativa Divisão 1.5 Substâncias e artigos muito insensíveis com perigo de explosão em massa. Divisão 1.6 Artigos extremamente insensíveis sem perigo de explosão em massa.</p>
<p>Classe 2 <b>Gases</b></p>	<p>Divisão 2.1 Gases inflamáveis Divisão 2.2 Gases não inflamáveis e não tóxicos Divisão 2.3 Gases tóxicos</p>
<p>Classe 3 <b>Líquidos inflamáveis</b></p>	
<p>Classe 4 <b>Sólidos</b></p>	<p>Divisão 4.1 Sólidos inflamáveis Divisão 4.2 Materiais de combustão espontânea Divisão 4.3 Substâncias que em contato com a água emitem gases inflamáveis</p>
<p>Classe 5 <b>Substâncias oxidantes e peróxidos orgânicos</b></p>	<p>Divisão 5.1 Substâncias oxidantes Divisão 5.2 Peróxidos orgânicos</p>

Classe 6 <b>Substâncias tóxicas e substâncias infectantes</b>	Divisão 6.1 Substâncias tóxicas Divisão 6.2 Substâncias infectantes
Classe 7 <b>Materiais Radioativos</b>	
Classe 8 <b>Substâncias Corrosivas</b>	
Classe 9 <b>Materiais/produtos diversos, substâncias ou organismos perigosos</b>	

**Figura 4.** Quadro contendo as classes e divisões estabelecidas pela ONU para classificação de produtos perigosos.

**Classe 1 - Explosivos:** Entram nessa categoria as substâncias ou misturas explosivas sólidas ou líquidas capazes de, através de reação química, produzir gás com temperatura, pressão e velocidade suficientes para causar danos ao redor. Substâncias pirotécnicas são incluídas mesmo quando não envolvem gases.

As substâncias, misturas e artigos explosivos são classificados de acordo com os critérios de classificação descritos nas enumerações a seguir:

Divisão 1.1: substâncias, misturas e artigos que apresentam perigo de explosão em massa;

Divisão 1.2: substâncias, misturas e artigos que apresentam perigo de projeção sem um perigo de explosão em massa;

Divisão 1.3: substâncias, misturas e artigos que apresentam perigo de incêndio, com pequeno perigo de explosão ou de projeção ou de ambos, sem perigo de explosão em massa, a saber:

- 1) produzem quantidade considerável de calor radiante;
- 2) queimam em sucessão, produzindo pequenos efeitos de explosão e/ou de projeção;

Divisão 1.4: substâncias, misturas e artigos que não apresentam perigo significativo de explosão apresentam um perigo pequeno na eventualidade de ignição ou iniciação. Um fogo externo não deve causar uma explosão imediatamente;

Divisão 1.5: substâncias ou misturas muito insensíveis com perigo de explosão em massa, mas que são de tal modo insensíveis que a probabilidade de iniciação ou de transição de queima para detonação é muito pequena em condições normais;

Divisão 1.6: artigos extremamente insensíveis sem perigo de explosão em massa: contêm somente substâncias detonantes extremamente insensíveis que apresentam perigo desprezível de iniciação ou propagação acidental.

**Classe 2 - Gases:** Entram nessa categoria os gases inflamáveis, gases não-inflamáveis e gases tóxicos.

Gases inflamáveis - abrangem as substâncias inflamáveis, os gases pirofóricos e os gases quimicamente instáveis. Uma substância inflamável é uma substância que possui faixa inflamável no ar à temperatura de 20°C e pressão de 101,3kPa. Um gás pirofórico é uma substância responsável por pegar fogo instantaneamente no ar a temperatura menor ou igual a 54°C. Já um gás quimicamente instável é um gás inflamável que é capaz de reagir explosivamente mesmo na ausência de ar ou oxigênio.

Os gases estão classificados de acordo com os critérios de classificação descritos nas enumerações a seguir:

Divisão 2.1: gases inflamáveis que a 20°C e à pressão normal são inflamáveis.

Divisão 2.2: gases não-inflamáveis, não tóxicos asfixiantes ou oxidantes, que não se enquadrem em outra subclasse.

Divisão 2.3: gases tóxicos que constituam risco à saúde.

**Classe 3 - Líquidos inflamáveis:** Entram nessa categoria os líquidos que tem um poder de inflamabilidade de não mais que 93°C. São categorizados conforme Figura 5.

Categoria 1: Ponto de centelha < 23°C e ponto de ebulição ≤ 35°C.

Categoria 2: Ponto de centelha < 23°C e ponto de ebulição > 35°C.

Categoria 3: Ponto de centelha ≥ 23°C e ≤ 60°C.

Categoria 4: Ponto de centelha > 60°C e ≤ 93°C.

**Figura 5.** Critério para classificação de líquidos inflamáveis.

**Classe 4 - Sólidos:** Entram nessa categoria os sólidos inflamáveis; as substâncias sujeitas à combustão espontânea e substâncias que, em contato com água, emitem gases inflamáveis.

Sólidos inflamáveis são sólidos que podem entrar facilmente em combustão, ou podem causar ou contribuir para pegar fogo através de fricção.

Os sólidos estão classificados de acordo com os critérios de classificação descritos nas enumerações a seguir:

Divisão 4.1: sólidos inflamáveis, substâncias auto-reagentes e explosivos sólidos insensibilizados: sólidos que, em condições de transporte, sejam facilmente combustíveis, ou que por atrito possam causar fogo ou contribuir para tal; substâncias auto-reagentes que possam sofrer reação fortemente exotérmica; explosivos sólidos insensibilizados que possam explodir se não estiverem suficientemente diluídos.

Divisão 4.2: substâncias sujeitas à combustão espontânea: substâncias sujeitas à aquecimento espontâneo em condições normais de transporte, ou à aquecimento em contato com ar, podendo inflamar-se.

Divisão 4.3: substâncias que, em contato com água, emitem gases inflamáveis: substâncias que, por interação com água, podem tornar-se espontaneamente inflamáveis ou liberar gases inflamáveis em quantidades perigosas.

**Classe 5 - Oxidantes:** Entram nessa categoria substâncias oxidantes e peróxidos orgânicos.

Gases oxidantes são quaisquer gases que podem, geralmente pelo fornecimento de oxigênio, causar ou contribuir mais do que o ar para a combustão de outros materiais.

Substâncias oxidantes possuem facilidade de liberação do oxigênio em substâncias instáveis e reagem quimicamente com produtos, em forma sólidas

ou líquidas, podendo ocasionar a combustão de outros materiais ou contribuindo para isso, além de riscos tais como toxicidade e corrosividade.

Peróxidos orgânicos são substâncias termicamente instáveis que podem sofrer decomposição exotérmica auto acelerados em temperatura normal ou a temperaturas elevadas. Pode ser iniciada por calor, contato com impurezas, atrito ou impacto. A decomposição pode provocar desprendimento de gases ou vapores nocivos ou inflamáveis. Alguns peróxidos orgânicos causam graves danos à córnea, mesmo após breve contato, também sendo corrosivos para a pele.

Os oxidantes estão classificados de acordo com os critérios de classificação descritos nas enumerações a seguir:

Divisão 5.1: substâncias oxidantes que podem, em geral pela liberação de oxigênio, causar a combustão de outros materiais ou contribuir para isso.

Divisão 5.2: peróxidos orgânicos considerados poderosos agentes oxidantes, derivados do peróxido de hidrogênio, termicamente instáveis que podem sofrer decomposição exotérmica auto-acelerável.

### **Classe 6 - Substâncias tóxicas e substâncias infectantes:**

Substâncias tóxicas são substâncias de alta toxicidade e capazes de provocar morte, lesões graves ou danos à saúde humana e ao meio ambiente. O contato com corpo hídrico, solo ou ar em quantidade que ultrapasse o limite de tolerância ocasiona mudanças na flora e fauna local, além da exposição humana por meio de: ingestão oral, contato dérmico e inalação.

Substâncias infectantes são substâncias que contêm patógenos ou estejam sob suspeita razoável de contê-los. Patógenos são microrganismos e outros agentes. As diretrizes dos produtos desta classe são determinadas pelos Ministérios da Saúde e da Agricultura.

Essas substâncias estão classificadas de acordo com os critérios de classificação descritos nas enumerações a seguir:

Divisão 6.1: Substâncias tóxicas capazes de provocar morte, lesões graves ou danos à saúde humana, se ingeridas ou inaladas, ou se entrarem em contato com a pele.

Divisão 6.2: Substâncias infectantes que contêm ou possam conter patógenos capazes de provocar doenças.

**Classe 7 - Material radioativo:** Entram nessa categoria qualquer material ou substância que contenha radionuclídeos, cuja concentração de atividade e atividade total na expedição (radiação) excedam os valores especificados.

**Classe 8 - Corrosivos:** Entram nessa categoria as substâncias que, por ação química, causam severos danos quando em contato com tecidos vivos ou, em caso de vazamento, danificam ou mesmo destroem outras cargas ou o próprio veículo.

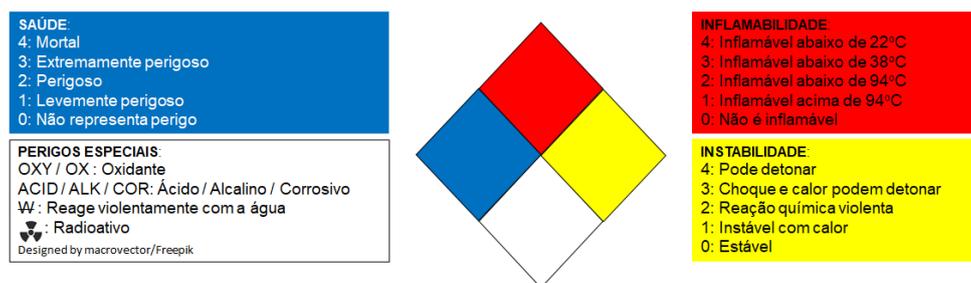
**Classe 9 - Substâncias perigosas e diversas:** Estão nessa classe as substâncias e artigos perigosos diversos, incluindo substâncias que apresentam riscos para o meio ambiente. São aqueles que apresentam, durante o transporte, um risco não abrangido por nenhuma das outras classes.

## 8. Diamante de Hommel

O Diamante de Hommel ou diamante do perigo ou diamante de risco ou diagrama de risco é uma simbologia empregada pela Associação Nacional para Proteção contra Incêndios dos EUA (*National Fire Protection Association - NFPA*). Ela é bastante aplicada em vários países, no entanto, sem obrigatoriedade.

Diferentemente das placas de identificação, o diamante de HOMMEL não informa qual é a substância química, mas indica todos os riscos envolvendo o produto químico em questão. Por essa razão, se utilizado de forma isolada, sem outras formas de identificação, o diamante de Hommel não é considerado um método de classificação completo.

A simbologia é representada da seguinte forma: são utilizados quatro quadrados apoiados por um vértice e que ficam sobrepostos. A disposição dos quadrados que formam o diagrama remete a um diamante (Figura 6). Cada quadrado respeita uma ordem e recebe uma cor: azul para perigo à saúde, vermelho para perigo de inflamabilidade, amarelo para perigo de instabilidade e branco para indicar perigos especiais. O sistema indica um grau de severidade que vai do 4 (quatro), indicando perigo severo, ao 0 (zero), que indica perigo mínimo.



**Figura 6.** Diamante de Hommel com as indicações das cores.

Os riscos representados no Diamante de Hommel são os seguintes:

**AZUL – PERIGO PARA SAÚDE:** traz a capacidade que o material apresenta de causar prejuízo à saúde devido à inalação, contato com a pele e olhos ou ingestão. O grau varia de:

**4 – Produto letal.** Exemplos: gases cuja  $LC_{50}$  (concentração letal de uma substância que pode causar 50% das mortes quando exposta a uma população) para toxicidade aguda por inalação é menor que 1000ppm, qualquer líquido cuja concentração de vapor saturado a 20°C é igual ou maior que 10 vezes sua  $LC_{50}$  para toxicidade aguda por inalação; poeiras e névoas cuja  $LC_{50}$  para toxicidade aguda por inalação é menor ou igual a 0,5 mg/L, materiais cuja  $LD_{50}$  para toxicidade aguda na pele é menor ou igual a 40 mg/kg; materiais cuja  $LD_{50}$  para toxicidade aguda oral é menor que 5 mg/kg.

**3 – Produto severamente perigoso.** Materiais que podem causar danos severos ou permanentes. Exemplos: materiais que são corrosivos ao trato respiratório; materiais corrosivos aos olhos e que podem causar opacidade irreversível da córnea; materiais corrosivos à pele; gases criogênicos ou gases liquefeitos comprimidos que podem causar queimadura por frio e danos irreversíveis nos tecidos; materiais com  $LD_{50}$  para toxicidade oral aguda entre 5 mg/kg e 50 mg/kg, gases cuja  $LC_{50}$  para toxicidade aguda por inalação está entre 1000ppm e 3000ppm; poeiras e névoas cuja  $LC_{50}$  para toxicidade aguda por inalação está entre 0,5 mg/L e 2 mg/L.

**2 – Produto moderadamente perigoso.** Materiais que podem causar incapacitação temporária ou danos residuais. Exemplos: poeiras e névoas cuja  $LC_{50}$  para toxicidade aguda por inalação está entre 2mg/L e 10 mg/L; gases cuja  $LC_{50}$  para toxicidade aguda por inalação está entre 3000ppm e 5000ppm;

materiais cuja LD<sub>50</sub> para toxicidade aguda na pele está entre 200 mg/kg e 1000 mg/kg; gases liquefeitos comprimidos com ponto de ebulição entre -30°C e -55°C que podem provocar danos nos tecidos dependendo da duração da exposição, materiais irritantes ou sensibilizantes à pele; materiais que causam irritação respiratória; materiais que causam irritação reversível aos olhos; materiais com LD<sub>50</sub> para toxicidade oral aguda entre 50 mg/kg e 500 mg/kg.

**1 – Produto levemente perigoso.** Materiais que podem causar irritação significativa. Exemplos: gases e vapores cuja LC<sub>50</sub> para toxicidade aguda por inalação está entre 5000ppm e 10000ppm; poeiras e névoas cujo LC<sub>50</sub> para toxicidade aguda por inalação está entre 10 mg/L e 200 mg/L; materiais cuja LD<sub>50</sub> para toxicidade aguda na pele está entre 1000 mg/kg e 2000 mg/kg; materiais que causam leve irritação na pele, olhos e trato respiratório; materiais com LD<sub>50</sub> para toxicidade oral aguda entre 500 mg/kg e 2000 mg/kg.

**0 – Produto não perigoso ou de risco mínimo.** Exemplos: gases e vapores cuja LC<sub>50</sub> para toxicidade aguda por inalação é maior que 10000ppm; poeiras e névoas cujo LC<sub>50</sub> para toxicidade aguda por inalação é maior que 200 mg/L; materiais cuja LD<sub>50</sub> para toxicidade aguda na pele é superior a 2000mg/kg; materiais que não causam irritação na pele, olhos e trato respiratório; materiais com LD<sub>50</sub> para toxicidade oral aguda é acima de 2000 mg/kg.

**VERMELHO – PERIGO DE INFLAMABILIDADE:** denota o grau de suscetibilidade de queima de um material. O grau varia de:

**4 –** Materiais que evaporam rapidamente ou completamente nas condições normais de pressão e temperatura ou que rapidamente se dispersam no ar e queimam facilmente. Exemplos: gases inflamáveis, líquidos muito voláteis (com ponto de centelha abaixo de 22,8°C e ponto de ebulição abaixo de 37,8°C), materiais pirotécnicos.

**3 –** Produtos que podem inflamar sob condições de temperatura ambiente. Exemplos: líquidos com ponto de centelha abaixo de 22,8°C e ponto de ebulição acima de 37,8°C, sólidos com partículas finas, materiais que queimam com extrema rapidez por conterem oxigênio

**2 –** Produtos que entram em ignição quando aquecidos moderadamente ou expostos à temperatura ambiente alta. Exemplos: líquidos com ponto de centelha acima de 37,8°C e abaixo de 93,4°C, sólidos com partículas muito finas

que podem gerar uma nuvem de poeira inflamável, materiais como algodão, sisal, linho, materiais que geram gases inflamáveis.

**1** – Produtos que precisam ser aquecidos para entrar em ignição. Exemplos: líquidos, sólidos e semissólidos que apresentam o ponto de centelha acima de 93,4°C, maioria dos materiais combustíveis comuns.

**0** – Produtos que não queimam. Exemplo: pedra, areia e concreto.

**AMARELO – REATIVIDADE/INSTABILIDADE:** representa o grau de suscetibilidade intrínseca dos materiais de liberar energia por eles mesmos ou através de reação de polimerização ou reagirem com eles mesmos (auto reação) cujos riscos são:

**4** – Capaz de detonação ou decomposição com explosão a temperatura ambiente. Materiais que eles mesmos são prontamente capazes de detonação ou decomposição explosiva ou reação explosiva nas condições normais e temperatura e pressão. Exemplo: materiais que são sensíveis à choque mecânico ou térmico à temperatura e pressão normal. Materiais que tem uma densidade de poder instantânea à 250°C de mais de 1000W/mL.

**3** – Capaz de detonação ou decomposição com explosão quando exposto a fonte de energia severa. Exemplos: Materiais que são sensíveis a choque mecânico ou térmico a elevadas temperaturas. Materiais que tem uma densidade de poder instantânea à 250°C de 100 a 1000W/mL.

**2** – Reação química violenta possível quando exposto a temperaturas e/ou pressões elevadas. Materiais que tem uma densidade de poder instantânea à 250°C de 10 a 100W/mL.

**1** – Normalmente estável, porém pode se tornar instável quando aquecido. Exemplo: Materiais que tem uma densidade de poder instantânea à 250°C de 0,01 a 10W/mL.

**0** – Normalmente estável. Exemplo: Materiais que não exibem uma exoterma a temperaturas menores ou iguais a 500°C quando testada em calorímetro. Materiais que tem uma densidade de poder instantânea à 250°C abaixo de 0,01 W/mL.

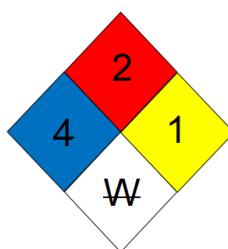
**BRANCO – RISCOS ESPECIAIS** (Figura 7), cujos riscos são relacionados às propriedades de reatividade em água e oxidação dos materiais que causam problemas especiais ou requerem técnicas especiais de combate à incêndio.

- Materiais que reagem violentamente ou explosivamente com água são identificados pela letra W com uma linha horizontal atravessando o centro.
- Materiais que apresentam propriedades oxidantes são identificados pelas letras OX.
- Materiais que são simples asfixiantes são identificados pelas letras SA.

**W OX SA**

**Figura 7.** Representação dos riscos especiais.

Normalmente, o diagrama de riscos está presente nos rótulos dos produtos químicos, bem como, na fachada de prédios, nas paredes, em tanques de armazenamento e transporte, de modo a ficar visível em caso de emergências como incêndio ou vazamento. Quando não constar no rótulo do frasco, essa escala pode ser encontrada em *handbooks*, catálogos de reagentes, FISPQ (Ficha de Informações de Segurança de Produtos Químicos) ou MSDS (*Material Safety Data Sheet*) e deve ser adicionada ao rótulo dos reagentes.



**Figura 8.** Exemplo de rótulo de Diamante de Hommel.

## 9. Referências bibliográficas

BRASIL. ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 14725-2:** Produtos químicos — Informações sobre segurança, saúde e meio ambiente. Parte 2: Sistema de classificação de perigo. Rio de Janeiro: ABNT, 2009. 106 p.

BRASIL. ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 14725-2: Produtos químicos — Informações sobre segurança, saúde e meio ambiente. Parte 4: Ficha de informações de segurança de produtos químicos (FISPQ).** Rio de Janeiro: ABNT, 2009. 27 p.

BRASIL. Ministério do Trabalho. **Portaria nº 3.214, de 8 de junho de 1978.** Aprova as Normas Regulamentadoras - NR - do Capítulo V, Título II, da Consolidação das Leis do Trabalho, relativas a Segurança e Medicina do Trabalho. Brasília: Presidência da República, 1978.

BRASIL. Ministério do Trabalho e Emprego. Secretaria de Inspeção do Trabalho. **Portaria nº 229, de 24 de maio de 2011.** Altera a norma regulamentadora número 26. Brasília: Presidência da República, 2011.

BRASIL. Ministério do Trabalho e Emprego. **Portaria nº 704, de 28 de maio de 2015.** Altera a norma regulamentadora número 26. Brasília: Presidência da República, 2015.

BRASIL. Ministério do Trabalho e Emprego. **Portaria nº 2.770, de 05 de setembro de 2022.** Altera a norma regulamentadora número 26. Brasília: Presidência da República, 2022.

CETESB – Companhia Ambiental do Estado de São Paulo. Diamante de Hommel. Disponível em: <https://cetesb.sp.gov.br/emergencias-quimicas/aspectos-gerais/simbologia/diamante-de-hommel/> Acesso em: 16/08/2021.

Governo do Estado do Rio Grande do Sul. FEPAM - Fundação Estadual de Proteção Ambiental. **Manual de classificação de produtos perigosos.** 2021. 21 p.

IFRN - Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Norte. **Manual de segurança para laboratórios.** S.d. 48 p. Disponível em: <https://portal.ifrn.edu.br/ifrn/campus/natalcentral/cissp/lateral/manuais/manual-de-seguranca-dos-laboratorios-v.01>. Acesso em: 23/08/2021.

IFSC – Instituto Federal de Santa Catarina. **Manual de segurança e boas práticas laboratoriais setor de ciências agrárias.** 2017. 68 p.

Disponível em: <http://depe.smo.ifsc.edu.br/wp-content/uploads/2016/09/Manual-de-Seguran%C3%A7a-e-Boas-Pr%C3%A1ticas-Laborat%C3%B3rios-do-IFSC-SMO-VERS%C3%83O-PUBLICADA.pdf>. Acesso em: 23/08/2021.

MATTOS, U. A. O., MÁSCULO, F. S. **Higiene e segurança do trabalho.** Elsevier: Rio de Janeiro, 2011. 419 p.

MOITA, M. **O diamante da NFPA (704).** Disponível em: <https://intervir.pt/2019/05/03/o-diamante-de-nfpa-704/> Acesso em: 16/09/2021.

NCEC - National Chemical Emergency Centre. The Dangerous Goods Emergency Action Code List 2021. Disponível em: <https://the->

[ncec.com/en/resources/the-dangerous-goods-emergency-action-code-list-2021](https://www.ncec.com/en/resources/the-dangerous-goods-emergency-action-code-list-2021). Acesso em: 24/11/2022.

NFPA – National Fire Protection Association. Frequently Asked Questions on NFPA 704 Disponível em: [https://www.nfpa.org/assets/files/aboutthecodes/704/704\\_faqs.pdf](https://www.nfpa.org/assets/files/aboutthecodes/704/704_faqs.pdf). Acesso em: 16/09/2021.

NFPA 704 - Standard System for the Identification of the Hazards of Materials for Emergency Response. National Fire Protection Association –Quincy, Massacusetts. 2007.

SALIBA T. M.; SALIBA S. C. R. **Legislação de segurança, acidente do trabalho e saúde do trabalhador**. LTR: São Paulo, 2002. Disponível em: <https://normasregulamentadoras.wordpress.com/2008/06/06/nr-26/> Acesso em: 16/09/2021.

SEIXAS, F. K.; SILVEIRA, D.; EUTIAUSPE, L.; DELLAGOSTIN, O. A.; COLLARES, T. V. R **Risco biológico. boas práticas e biossegurança**. Pelotas: Editora universitária/UFPel, 2009.

SIGMA-ALDRICH. **Segurança de produtos – Sistema globalmente harmonizado de classificação e rotulagem de produtos químicos**. 09 de setembro de 2022. Disponível em: <https://www.sigmaaldrich.com/BR/pt/life-science/safety/globally-harmonized-system>. Acesso em: 09/09/2022.

SIIPP. Projeto SIIPP - **Sistema integrado de informações para atendimento de ocorrências no transporte de produtos perigosos**. 16 de agosto de 2021. Disponível em: [http://200.144.30.103/siipp/public/imprime\\_classificacao.aspx](http://200.144.30.103/siipp/public/imprime_classificacao.aspx) Acesso em: 16/08/2021.

UEMA, L. K.; RIBEIRO M. G. Pictogramas do GHS e sua aplicação como ferramenta de comunicação de perigos para estudantes de graduação. **Química Nova**, v. 40, n. 3, p.353-361, 2017.

UNITED NATIONS. **Recommendations on the transport of dangerous goods – Model regulations (volume I)**. 21. ed. Organização das Nações Unidas. United Nations. New York e Genebra, 2019.

UNITED NATIONS. **Globally harmonized system of classification and labelling of chemicals (GHS)**. 18.ed. Organização das Nações Unidas. United Nations. New York e Genebra, 2019.

---

## Procedimentos para pequenos acidentes em laboratório de análises químicas de alimentos

Rosane da Silva Rodrigues

<https://doi.org/10.4322/mp.978-65-84548-11-4.c3>

Todo laboratório deve ser organizado, limpo e seguro, a fim de garantir o bom fluxo de trabalho, além de segurança e tranquilidade na execução das tarefas. Contudo, mesmo com adequadas condições de estrutura física e instrumental, e dos treinamentos frequentes dos analistas e colaboradores, e uso de EPCs e EPIs, alguns acidentes ainda podem acontecer.

Considerando a premissa de que o laboratório atende aos requisitos técnico-operacionais, neste livro não serão abordados problemas associados a riscos ambientais, como aqueles decorrentes de agentes ergonômicos, riscos mecânicos ou de acidentes decorrentes do ambiente de trabalho que podem causar danos à saúde e à integridade física do trabalhador em função de sua natureza, intensidade, suscetibilidade e tempo de exposição.

Alguns perigos físicos, térmicos e químicos são associados a acidentes frequentes em laboratório, sendo os mais comuns aqueles causados por cortes e outras lesões, queimaduras, intoxicações, choques elétricos e incêndios. Tais eventos na maioria das vezes são decorrentes de falhas operacionais, causados pelo próprio indivíduo/operador, por descuido, negligência, desconhecimento, não uso ou uso incorreto de EPIs, embora também possam ser decorrentes de falhas instrumentais.

Qualquer acidente deve ser comunicado ao responsável do laboratório e os casos mais graves devem ser levados imediatamente ao atendimento médico. Ainda assim, mesmo os acidentes aparentemente menos graves não prescindem de avaliação clínica posterior.

Em todos os casos, serenidade e bom-senso do profissional químico responsável pelo laboratório ou, na sua ausência, o substituto, são fundamentais

para que o problema não se agrave e para que decisões assertivas sejam tomadas.

Procedimentos emergenciais podem ser aplicados no próprio laboratório para minimizar o dano provocado por alguns acidentes mais corriqueiros. Além destas orientações, é fundamental destacar a importância de pessoal do laboratório capacitado em primeiros socorros para realizar a primeira abordagem ao acidentado.

Independentemente do tipo de acidente, a primeira providência é tentar tranquilizar o acidentado, identificar o agente causador do acidente (e neutralizá-lo, se possível) e tentar obter o máximo de informações sobre o ocorrido.

O responsável pelo socorro imediato deve evitar contato direto com o acidentado; usando luvas descartáveis e evitando o contato com sangue e secreções. Verificar se o local do acidente oferece riscos iminentes ao socorrista e ao socorrido, afastando-os quando possível. Sempre atentar para sua própria segurança. Se for necessário pedir ajuda a outro colaborador, isso deve ser feito de forma objetiva, breve e clara.

## **1. Acidentes frequentes em laboratório**

### **1.1. Ferimentos**

Os ferimentos são lesões dos tecidos e provocam o rompimento da pele, podendo ser superficial ou profundo, atingindo as camadas de gordura e de músculo em diferentes intensidades. Em laboratórios de análise química, os ferimentos mais comuns são aqueles causados por abrasão, corte e contusão.

Os ferimentos causados por abrasão envolvem a raspagem da camada exterior da pele contra uma superfície áspera ou dura, resultando em escoriação. Neste tipo de ferida, não há muito sangramento, mas há necessidade de a ferida ser limpa completamente para impedir infecção. Recomenda-se a lavagem com água e sabão e, se a área atingida for grande, cobrir com gaze ou curativo, deixando sempre espaço para ventilação.

Os ferimentos provocados por corte mais comuns são incisão, dilaceração e perfuração. A incisão é provocada por objetos cortantes (normalmente de metal ou vidro), têm bordas regulares e causam sangramentos de variados graus, devido ao seccionamento dos vasos sanguíneos e danos a tendões, músculos e nervos. A dilaceração é um ferimento causado pelo rasgo do tecido

resultando em um corte profundo, cujo sangramento pode ser extensivo, e é causado geralmente por acidentes com facas, estiletes, ferramentas com arestas. Os ferimentos perfurantes são lesões causadas por perfurações da pele e dos tecidos subjacentes por um objeto pontiagudo.

O sangramento, se excessivo, deve ser controlado por compressão direta e aplicação de curativo e bandagens, mantendo-se elevada a região atingida.

Cessado o sangramento, enxagua-se a ferida com água potável por aproximadamente 5 minutos. Não retirar corpos estranhos aderidos à ferida, se houver. Desinfetar a região aplicando um antisséptico tópico. Cobrir o ferimento com compressa limpa (tipo almofada de gaze estéril), fixada com fitas adesivas.

Os ferimentos causados por contusão (traumatismo) decorrem normalmente de batidas em móveis e equipamentos, queda, entre outros. Podem não resultar em feridas visíveis ou sangramentos. As lesões internas neste caso podem ser mais ou menos danosas dependendo do local atingido e da intensidade da batida (velocidade, peso do objeto, etc.). Quando há apenas o acometimento superficial, o acidentado apresenta somente dor e inchaço (edema) da área afetada. Quando há hemorragia interna localizada e de pequeno porte, o local adquire uma coloração preta ou azulada. Quando vasos maiores são lesados ocorre hematoma formado pelo sangue extravasado, visível sob a pele.

As contusões podem ser tratadas de maneira simples, desde que não apresentem gravidade. Normalmente, bolsa de gelo ou compressa de água gelada nas primeiras 24 horas e repouso da parte lesada são suficientes.

No caso de contusão na cabeça (trauma crânio-encefálico) provocada por batida leve em algum móvel ou equipamento, ou até mesmo queda, ocorre dor na hora da pancada e pode ser aplicada compressa de gelo caso não haja ferimento (o qual deve ser higienizado se houver). Segue observação atenta por 12 horas. Contudo, em casos de concussão cerebral (perda breve de consciência), é necessário ficar alerta. É importante tentar manter a vítima acordada para acompanhar o nível de consciência e interação com o ambiente e não se deve tentar alimentar ou oferecer líquidos ao acidentado. Em todos os casos, é imprescindível o atendimento médico pois até mesmo batidas consideradas “leves” podem resultar em danos internos.

Desmaios podem ocorrer em decorrência de acidentes, principalmente contusões na cabeça, choque elétrico, ou inalação de alguns reagentes químicos. Mas também podem ocorrer por outros motivos, podendo assim provocar acidentes. Fatores como cansaço, fome, nervosismo, hipoglicemia, ambientes fechados, entre outros, podem levar o manipulador à perda súbita, temporária e repentina da consciência.

Se a pessoa apenas começou a desfalecer (vertigem), sentá-la em uma cadeira (ou outro local) e curvá-la para a frente. Abaixar a cabeça do acidentado, colocando-a entre as pernas, e pressionando-a para baixo, mantendo a cabeça mais baixa que os joelhos. Fazê-la respirar profundamente, até que passe o mal-estar.

No caso de ocorrer efetivamente o desmaio, deve-se manter o acidentado deitado, colocando sua cabeça e ombros em posição mais baixa em relação ao resto do corpo. Afrouxar a sua roupa e manter o ambiente arejado. No caso de haver vômito, virar a cabeça para o lado, para evitar sufocamento. Se o desmaio durar mais que 2 minutos agasalhar a vítima e procurar com urgência o atendimento médico de emergência.

## **1.2. Queimaduras térmicas**

Queimaduras com fogo, líquidos ferventes, vapor, metal incandescente ou outro material quente são causadas por calor seco (chama e objetos aquecidos) ou úmido.

Os tipos de queimaduras: de primeiro, segundo e terceiro grau, as quais diferenciam-se pela profundidade da lesão. Mas muitas vezes ocorrem simultaneamente em uma mesma área, dependendo do acidente. Ou, em alguns casos, tratamentos inadequados podem converter uma queimadura menos profunda em mais profunda, aumentando a severidade da lesão. Independentemente do tipo, o tamanho da área atingida determina o maior risco. Por isso, em todos os casos, sempre deve haver atendimento médico o mais breve possível após o atendimento de primeiros socorros.

Em queimaduras brandas na pele o procedimento emergencial consiste em lavar a região afetada em água fria corrente por aproximadamente 10 a 15 minutos ou submergir em água fria ou com gelo, sem causar fricção no local da queimadura. Após pode ser aplicada sobre o local uma compressa úmida de

bicarbonato de sódio a 3% (m/v) em água, ou vaselina líquida. Pomadas apropriadas para queimaduras como aquelas à base de picrato de butambeno, sulfacetamida sódica e trolamina, dexpanthenol, desoximetasona, entre outras, podem ser utilizadas para o tratamento de queimaduras de primeiro grau, cujos sintomas são vermelhidão, inchaço, dor ou desconforto na pele, pois ajudam a aliviar a dor e a inflamação, promovem a cicatrização da pele e ou previnem o surgimento de infecções.

No caso de queimaduras graves na pele, a região deve ser coberta com gaze esterilizada umedecida em solução aquosa (água estéril ou destilada) ou soro fisiológico, e o indivíduo encaminhado o mais rapidamente à assistência médica.

Queimaduras nos olhos requerem atenção imediata de um profissional especializado (oftalmologista). Contudo, até a consulta ao médico, o procedimento de urgência é lavar os olhos com água em abundância durante 10 a 15 minutos, e em seguida aplicar gaze esterilizada embebida com água estéril ou tratada ou com soro fisiológico, mantendo a compressa até o atendimento clínico.

### **1.3. Queimaduras com agentes químicos**

Queimaduras químicas resultam do contato direto da pele (ou através da vestimenta), boca e olhos com reagente químico, cujo grau de dano difere em função da substância. Na pele e mucosas, este tipo de queimadura geralmente causa sintomas semelhantes aos de queimaduras de primeiro grau (superficiais), onde a área fica vermelha, inchada e dolorosa, mas não se formam bolhas. Em alguns casos as queimaduras são mais profundas, com bolhas e dor intensa.

É extremamente importante conhecer o tipo de substância química que causou o dano para que sejam tomadas as providências adequadas. Contudo, na maioria das vezes o procedimento de urgência é lavar o local atingido em água corrente e abundante por pelo menos 15 minutos; se as substâncias forem sólidas/pó, removê-las gentilmente antes da lavagem. Neste caso não é recomendado o uso de pomadas ou outro tipo de substância tópica. Em caso de a pele estar coberta, deve-se remover a vestimenta atingida de preferência sob o chuveiro de emergência; na ausência deste, retira-se a vestimenta e imediatamente procede-se à lavagem do local atingido. O procedimento de

lavagem é recomendado para o dano causado para a maioria dos reagentes usuais utilizados em laboratórios de análises de alimentos pois algumas substâncias químicas de uso em outros tipos de laboratórios podem ter o efeito potencializado pela água. É o caso de metais alcalinos por exemplo.

Em laboratório de análises químicas de alimentos, na maioria dos casos, a queimadura é provocada por contato com ácidos e álcalis forte. Não está descartada a ocorrência de queimadura por ação de agentes inflamáveis como acetaldeído, éter dietílico, dissulfeto de carbono, Mg, Al, Zn, Zr em pó e seus derivados orgânicos, fósforo branco, propano, butano, H<sub>2</sub>S, entre outros. A mistura de substâncias incompatíveis por mau uso ou descarte inadequado também podem gerar queimaduras.

Nas queimaduras provocadas por ácidos lava-se imediatamente o local com água em abundância, seguido de lavagem com solução de bicarbonato de sódio a 1%(m/v) e novamente com água. No caso de ácido sulfúrico concentrado primeiramente enxuga-se a região com papel absorvente para retirada do excesso de ácido e depois procede-se à lavagem com água.

Nas queimaduras provocadas por bases lava-se a região atingida imediatamente com água, seguido de lavagem com solução de ácido acético a 5%(v/v) e novamente com água.

Em ambos os casos (ácidos e bases) a lavagem deve ser realizada até que o acidentado sinta diminuição expressiva da sensação de ardência/queimação.

Queimaduras com fenóis também são recorrentes e podem causar queimaduras severas. Neste caso existem dois procedimentos possíveis: (1) lavar a pele em abundância com água, alternando com a aplicação de solução de polietilenoglicol 400, por, no mínimo, 30 minutos; (2) lavar diretamente com álcool e depois com água e sabão.

Em todos os casos, a neutralização de queimaduras com ácidos e álcalis deve ser suprimida se a queimadura for muito severa, pois o calor da reação resultante poderá agravar o dano.

O encaminhamento ao atendimento médico de emergência deve ser priorizado. É imprescindível que seja informado o agente químico envolvido no acidente, devendo-se levar a embalagem, rótulo ou imagem que identifique o produto.

#### 1.4. Intoxicação química

Intoxicação é o conjunto de sinais e sintomas que surgem pela exposição a substâncias químicas tóxicas para o organismo. As substâncias químicas podem entrar em contato com a vítima por via cutânea (absorção), oral (ingestão) e respiratória (inalação).

A lesão causada pela substância química vai depender do agente agressor, da forma em que se apresenta (se líquida, gasosa ou sólida), da concentração da substância, do tempo de exposição e do órgão/local afetado.

Intoxicações por absorção cutânea são menos comuns devido à proteção/barreira exercida pela pele e gordura contra a maioria das substâncias químicas usuais. Contudo, algumas substâncias como ácido cianídrico e mercúrio podem ultrapassar esta barreira. O contato da pele com a substância pode resultar em irritação superficial e sensibilização localizada ou, mais grave, decorrentes da reação do contaminante com as proteínas da pele ou mesmo penetrando através dela, atingindo a corrente sanguínea e causando intoxicação generalizada. Hidrocarbonetos saturados, hidrocarbonetos aromáticos, compostos halogenados, álcoois, ésteres, cetonas, aldeídos são substâncias que provocam irritação por reação com a camada lipídica da derme.

Intoxicações por via oral são bastante comuns, principalmente nos procedimentos de pipetagem. Os sintomas mais frequentes da ingestão de substância química são salivação, sudorese, palidez, visão escura, diminuição da pupila (miose), respiração alterada, nível de consciência alterado, entre outros.

Se a substância não chegou a ser ingerida, o indivíduo deve cuspir imediatamente e lavar a boca com muita água. Remover a vítima para local arejado.

Se a substância foi ingerida, o acidentado deve ser encaminhado ao atendimento médico imediatamente. A administração de quaisquer substâncias na tentativa de solucionar o problema pode acarretar em sério agravo na lesão provocada pela ingestão.

Na maioria dos casos, não se deve induzir a vítima ao vômito pois, se a substância ingerida for corrosiva poderá causar mais dano quando for expelida. É o caso de substâncias como ácidos fortes, amônia, benzeno, carbonato de cálcio, hidróxido de sódio e fenóis. Contudo, no caso da ingestão de algumas

substâncias, se bem conhecidas, pode ser induzido o vômito, reduzindo o dano ao acidentado. É o caso de álcool (etílico, isopropílico, desnaturado, metílico), etilenoglicol, boráx e formaldeído.

Intoxicação por contato com os olhos provocam queimaduras ou irritação. A primeira atitude é retirar lentes de contato, se houver. Segue-se a lavagem com água em abundância por pelo menos 20 minutos, utilizando lava-olhos preferencialmente, e mantendo as pálpebras separadas.

Intoxicações por via respiratória são as mais comuns, pois a inalação é a via mais rápida de entrada de substâncias para o interior do corpo já que os pulmões absorvem gases, vapores, poeiras e aerossóis e os distribuem pela corrente sanguínea.

Irritação das mucosas, nas vias aéreas superiores, nos brônquios e nos pulmões são consequências da inalação de produtos químicos. Em casos mais graves e de longa exposição pode correr asfixia, efeitos carcinogênicos, mutagênicos e teratogênicos. Contudo, a lesão térmica (queimadura) que é a consequência mais comum da inalação pode ocorrer rapidamente e causar lesão direta no trato respiratório.

O diagnóstico de queimadura do trato respiratório por inalação de substâncias às vezes não é percebido imediatamente, agravando o dano. Há o risco de edema pulmonar até 72 horas após o acidente. Alguns gases provocam distúrbios sensoriais que só se manifestam algumas horas após o acidente. Os sintomas mais usuais são hiperemia (vermelhidão) da mucosa nasal e faríngea, rouquidão, dispneia, tosse com expectoração sanguinolenta.

A exemplo da queimadura por ingestão, a neutralização química da substância pode gerar reações com produção de calor e piora da lesão. A providência em caso de inalação que provoque mal-estar e ou queimadura é retirar o acidentado para um ambiente arejado, afastar vestuário do pescoço e peito e deixá-lo descansar.

Manter a vítima deitada, limitando os movimentos o máximo possível e levar ao pronto-socorro imediatamente, levando a embalagem do produto químico.

### 1.5. Choque elétrico

São abalos musculares causados pela passagem de corrente elétrica pelo corpo e cujas consequências dependem principalmente de sua intensidade (amperagem), tensão, e duração da passagem da corrente.

Os danos decorrentes do choque elétrico podem ser categorizados em eletroquímico, térmico e fisiopatológico.

As principais complicações são parada cardíaca, parada respiratória, queimaduras, traumatismo (de crânio, ruptura de órgãos internos, etc.) e óbito.

As queimaduras elétricas geralmente afetam a pele e os tecidos subjacentes na região que teve contato direto com a resistência elétrica.

Os choques elétricos envolvem grande risco de óbito pela paralisia do centro nervoso central (bulbo) que regem os movimentos respiratórios e cardíacos ou por fibrilação cardíaca (ventricular).

A intensidade da corrente é o fator mais importante a ser considerado nos acidentes com eletricidade. Correntes de 100 a 150 Volts já são perigosas e acima de 500 Volts são mortais. Corrente de 25 mA determinam espasmos musculares, podendo levar à morte se atuar por alguns minutos, por paralisia da musculatura respiratória. Entre 25 mA e 75 mA, além do espasmo muscular, pode ocorrer a parada do coração em diástole (fase de relaxamento) ventricular.

Além da intensidade da corrente elétrica, o tempo de contato da vítima com a fonte de eletricidade é decisivo para a sobrevivência.

A providência mais urgente é interromper a corrente elétrica desligando a chave geral de força, retirando os fusíveis da instalação ou puxando o fio da tomada (desde que esteja encapado).

Nunca entrar em contato direto com o acidentado enquanto ele estiver em contato com a corrente elétrica. Se for extremamente necessário (no caso de não ser possível desligar a corrente), utilizar luvas de borracha grossa ou materiais isolantes e que estejam secos (cabo de vassoura, tapete de borracha, jornal dobrado, pano grosso dobrado, corda, etc.), afastando a vítima da fonte de eletricidade.

Em caso de choque elétrico leve a vítima pode entrar em "estado de choque" cujos sintomas são prostração, palidez, pele úmida e fria, debilidade física, tontura, distúrbios de visão. Neste caso, a vítima deve ser colocada em

posição horizontal, com os pés apoiados em nível ligeiramente superior ao restante do corpo; procurar tranquilizar a pessoa; procurar serviço médico.

É importante que no laboratório haja pessoas treinadas para procedimentos de primeiros socorros, pois em caso de parada cardiorrespiratória deve-se iniciar imediatamente as manobras de ressuscitação, mantendo o procedimento até a chegada do atendimento especializado.

## **2. EPIS – Equipamentos de proteção individual**

A segurança no laboratório está muito associada aos analistas/manipuladores e a alguns fatores fundamentais que devem ser observados pelos mesmos, como conhecer os riscos inerentes às substâncias químicas, conhecer a sinalização de segurança, armazenar adequadamente os produtos químicos e os resíduos gerados, confeccionar os mapas de risco dos laboratórios, utilizar os equipamentos de proteção individual (EPI) e coletiva (EPC) corretamente.

Equipamento de Proteção Individual (EPI) é todo dispositivo ou produto, de uso individual, utilizado pelo analista e destinado à sua proteção contra perigos suscetíveis de ameaçar à segurança e à saúde no laboratório.

Para que o EPI seja efetivo, é importante o treinamento do técnico de laboratório (e demais usuários) para uso correto do(s) equipamento(s) e para a finalidade a que se destina(m), além de procedimentos para manutenção e conservação do(s) mesmo(s).

Os EPIs mais utilizados em laboratório de análises de alimentos são: jaleco, luvas (nitrílicas descartáveis ou térmicas para manipulação de material aquecido ou congelado), óculos de segurança incolor, máscaras (descartáveis semi-facial tipo PFF2 – Peça Facial Filtrante com eficiência de 94%, para materiais tóxicos, corrosivos e inflamáveis, ou com filtro VO/GA - Vapores Orgânicos e Gases Ácidos), protetor auditivo em caso de ruído.

### **2.1. Jaleco/avental/guarda-pó ou roupa de proteção**

O jaleco/avental recomendado para atividades em laboratório deve ser em tecido de fibra de algodão, preferencialmente mais consistente (grosso). Tecidos sintéticos devem ser evitados pois queimam com facilidade. O avental deve proteger o corpo, por isso são importantes características como mangas

compridas e comprimento até os joelhos; fechamento frontal com velcro para facilitar a sua remoção em caso de derramamento de produtos químicos. Detalhes soltos, como bolsos e tiras na cintura, devem ser evitados pois podem causar acidentes.

O avental deve ser usado sempre fechado e é de uso exclusivo no local de trabalho/laboratório.

## **2.2. Sapatos**

Os calçados devem ser sempre fechados, de preferência sem cordões, em material resistente aos produtos químicos (evitar o uso de tecido) e com solado baixo e antiderrapante.

## **2.3. Luvas**

As luvas protegem as mãos durante manipulações de substâncias corrosivas ou materiais aquecidos. A atividade envolvida define o tipo de luva a ser utilizada. Luvas de borracha servem para atividades como manipulação de substâncias tóxicas e ou corrosivas e higienização de materiais, vidrarias, equipamentos e do ambiente. As luvas de borracha podem ser confeccionadas em diferentes materiais cuja característica pode ser mais adequada à atividade, ou seja, nenhuma luva protege contra todos os tipos de substâncias químicas. As mais comumente usadas são as de látex que servem bem para proteção contra soluções ácidas e básicas diluídas, contudo não protegem contra solventes orgânicos. As de PVC cumprem com as mesmas funções das de látex, mas são mais grossas. Luvas de nitrila protegem contra a maioria dos solventes orgânicos e também soluções ácidas e básicas. Outros materiais como borracha butílica, neoprene, PVA e viton também são utilizados na confecção de luvas grossas e exercem proteção diferenciada.

Luvas de amianto são de uso exclusivo nos trabalhos com materiais aquecidos.

Em todos os casos as luvas devem ser utilizadas íntegras (sem rasgos, descoloração ou ressecamento) e as mãos devem ser lavadas após a utilização. Luvas descartáveis não devem ser reutilizadas (e devidamente descartadas) e as não descartáveis devem ser lavadas, secadas e guardadas em local protegido.

## **2.4. Óculos de segurança e protetor facial**

São equipamentos de proteção da face, essenciais quando se trabalha com vácuo ou no manuseio de reagentes perigosos ou corrosivos ou que resultam em reações que podem produzir projeções de material, como respingos.

Devem apresentar abas laterais protetoras, serem confortáveis e de fácil colocação e retirada. O material deve ser resistente aos produtos químicos que serão manipulados, e não devem distorcer imagens ou limitar o campo visual.

## **2.5. Máscara de proteção respiratória**

O ideal é a manipulação de substâncias tóxicas e ou corrosivas voláteis em capela de exaustão. As máscaras contra gases são uma alternativa quando não existe capela e devem ser de uso esporádico.

Existem vários tipos de máscaras sendo as mais utilizadas em laboratórios de análises químicas de alimentos as que utilizam filtros mecânicos (contra inalação de partículas) e principalmente filtros químicos. É importante que o filtro utilizado na máscara seja adequado para a substância com a qual se esteja trabalhando. Cuidados como prazo de validade dos filtros e proteção contra contaminação do mesmo (após aberto) são essenciais.

## **3. EPC - Equipamentos de Proteção Coletiva**

Os EPC (Equipamentos de Proteção Coletiva) são estruturas que devem existir no laboratório e com as quais todos os manipuladores devem estar familiarizados/treinados para uso em caso de acidente. Os mais recorrentes são as capelas de exaustão, chuveiro, lava-olhos e extintores de incêndio. Pisos antiderrapantes, ventilação adequada e sinalizações de saídas de emergência e de equipamentos de segurança, entre outros itens estruturais e de informação, também são fundamentais para evitar risco de acidentes e ou possibilitar o agravamento do risco.

### **3.1. Capelas**

Capelas de exaustão devem ser utilizadas na manipulação de produtos químicos que liberem gases ou vapores. Capelas de fluxo laminar e de

segurança biológica devem ser utilizadas na manipulação de materiais biológicos.

Em todos os casos, a utilização deve garantir a segurança do operador (e do material de trabalho) o qual deve estar treinado para uso correto do EPC.

As capelas de exaustão devem ser utilizadas em local sem corrente de ar, mantendo distância correta e segura dos materiais a serem manipulados dentro da capela e garantindo abertura frontal suficiente para manipulação.

A avaliação técnica especializada para verificar a eficiência da capela, sistema de exaustão e eventual troca de filtros deve ser feita com periodicidade média de 6 meses.

As capelas de fluxo laminar promovem recirculação de 100% do ar; podem ser de fluxo horizontal e vertical. O fluxo horizontal do ar oferece proteção ao material de trabalho; o fluxo vertical oferece proteção tanto para o operador quanto para o ambiente do laboratório contra possíveis agentes biológicos contaminantes de risco.

As capelas de segurança biológica permitem até 100% de renovação do ar e operam com pressão negativa, evitando a saída do ar contaminado para o ambiente. Utilizadas para materiais biológicos de baixo e médio risco.

### **3.2. Chuveiro**

Deve ser utilizado em casos de derramamento de grandes quantidades de produtos químicos sobre o manipulador. Se for possível, o avental/jaleco deve ser retirado antes da utilização do chuveiro, minimizando a passagem da substância química para o indivíduo.

A localização do chuveiro e o tipo de acionamento devem ser de fácil identificação para uso imediato.

### **3.3. Lava-olhos**

Deve ser utilizado em casos de queimadura ou contato de produtos químicos com os olhos do manipulador.

A manutenção deve ser constante, com limpeza semanal e, da mesma forma que o chuveiro, a localização e o tipo de acionamento devem ser de fácil identificação para uso imediato.

### 3.4. Extintores de incêndio

Em laboratório de análise de alimentos a possibilidade de ocorrência de incêndio está relacionada ao uso de fogo, eletricidade e substâncias químicas, como metais pirofóricos, os quais, em contato com umidade, podem originar um processo de combustão espontânea.

A extinção do fogo pode ser feita por isolamento, resfriamento, abafamento e extinção química. É imprescindível que existam pessoas treinadas no local de trabalho para orientar rapidamente aos demais quanto qual a conduta correta a seguir e para atuar diretamente no foco do incêndio visando eliminá-lo.

Os extintores de incêndio são equipamentos muito utilizados quando detectado algum foco de incêndio no local de trabalho. Os extintores são específicos para as diferentes origens de fogo, devendo o manipulador estar treinado para sua identificação e utilização.

Os extintores de incêndio são específicos para a classe de fogo ao qual se aplica (NBR 12693:2021).

As classes de incêndio são identificadas com letras maiúsculas (de A a K) e com simbologia normatizada quanto ao formato e cor:

Classe A: envolve combustíveis sólidos comuns, como madeira e papel. É identificado através da figura de um triângulo na cor verde com a letra "A" ao centro.

Classe B: envolve líquidos e gases combustíveis. É identificado através da figura de um quadrado na cor vermelha com a letra "B" ao centro.

Classe C: ocorre em equipamentos elétricos energizados. A extinção desse tipo de incêndio só pode ser realizada com agente extintor não condutor de eletricidade, para que o operador não receba descarga elétrica. É identificado através da figura de um círculo na cor azul com a letra "C" ao centro.

Classe D: envolve metais facilmente inflamáveis, como metais alcalinos e alcalino-terrosos, selênio, antimônio, alumínio em pó, carbonato de potássio, chumbo em pó, magnésio, zinco, titânio, urânio e zircônio. É identificado através da figura de uma estrela na cor amarela com a letra "D" ao centro.

Classe K: envolve óleos vegetais e gorduras. É identificado através da figura de um quadrado na cor preta e com a letra "K" ao centro.

Os extintores de incêndio são específicos de acordo com o agente extintor e à classe de fogo ao qual se aplica. A classificação vem descrita no próprio

equipamento utilizando letras e símbolos (NBR 14100). Os principais agentes extintores são: água pressurizada (AP), dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>), espuma mecânica, pó químico seco (PQS) e gás halogenado.

O extintor tipo "Água Pressurizada" é usado em fogos Classe A.

O extintor tipo "Dióxido de Carbono" é usado, preferencialmente, nos fogos das Classes B e C, embora possa ser usado também nos fogos de Classe A em seu início.

O extintor tipo "Espuma" é usado nos fogos de Classe A e B.

O extintor tipo "Pó Químico Seco" é usado nos fogos das Classes B e C. Também é usado nos incêndios Classe D, com o agente químico próprio para cada material.

O extintor tipo "Gás Halogenado" é usado em fogos dos tipos A, B e C.

O extintor que utiliza agente úmido com solução líquida à base de acetato de potássio é indicado para a classe de incêndio K.

A localização dos extintores deve ser em local de fácil visibilidade (segundo normas técnicas de instalação) e de conhecimento de todos os colaboradores.

#### 4. Referências bibliográficas

**AMERICAN HEART ASSOCIATION.** Destaques das Diretrizes da American Heart Association 2015. Atualização das Diretrizes de RCP e ACE. Disponível em: <https://eccguidelines.heart.org/wp-content/uploads/2015/10/2015-AHA-Guidelines-Highlights-Portuguese.pdf>. Acesso em: 12/01/2021.

ASIRY, S.; ANG, L.-C. **Laboratory safety:** chemical and physical hazards. *Biobanking*, p. 243-252, 2019.

ASSUMPÇÃO, J. C. Manipulação e estocagem de Produtos Químicos e Materiais Radioativos. In: Oda, L.M. & Avila, S.M. (orgs.). **Biossegurança em Laboratórios de Saúde Pública.** Ed. M.S., 1998. p. 77-103.

AZZI, G. L. **Recomendações e procedimentos de proteção nos laboratórios do CBPF** - Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas – CBPF, Ministério da ciência, tecnologia e inovação. 2013. 58 p.

BRASIL. ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 12693: Sistema de proteção por extintor de incêndio.** Rio de Janeiro: ABNT, 2021. 32 p.

BRASIL. ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR-14276: Brigada de incêndio e emergência – requisitos e procedimentos.** Rio de Janeiro: ABNT, 2020. 38p.

BRASIL. ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 15808: Extintores de incêndio portáteis**. Rio de Janeiro: ABNT, 2013. 64 p.

BRASIL, Ministério da Saúde. Fundação Oswaldo Cruz. FIOCRUZ. Vice-Presidência de Serviços de Referência e Ambiente. Núcleo de Biossegurança. NUBio. **Manual de Primeiros Socorros**. Rio de Janeiro. Fundação Oswaldo Cruz, 2003. 170 p.

BRASIL. Ministério da Saúde. Secretaria de Vigilância em Saúde. Departamento de Vigilância Epidemiológica. **Biossegurança em laboratórios biomédicos e de microbiologia** / Ministério da Saúde, Secretaria de Vigilância em Saúde, Departamento de Vigilância Epidemiológica. 3. ed. em português rev. e atual. – Brasília: Ministério da Saúde, 2006. 290 p.

BRASIL. **NR 23 - Proteção Contra Incêndios**. Aprovada pela Portaria MTb n.º 3.214, de 8 de junho de 1978, alterada pela Portaria n.º 221, de 6 de maio de 2011.

FLOR, P. Y. R. **Prevenção contra incêndio no âmbito universitário**. 2021. 119 f. Monografia (Graduação em Engenharia Mecatrônica) - Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2021.

CAMILO Jr., A. B. **Manual de Prevenção e Combate a Incêndios**. SENAC. São Paulo, 1999. 247 p.

CARVALHO, P. R. **Boas Práticas Químicas em Biossegurança**. Editora Interciência. Rio de Janeiro. 2.ed., 2013. 732 p.

CHRISPINO, A.; FARIA, P. **Manual de química experimental**. Ed. Átomo. São Paulo. 1 ed., 2010. 256 p.

COMMETTEE on Hazardous Substances in the Laboratory. **Prudent practices for disposal of chemicals from laboratory**. National Research Council. National Academy Press. Washignton DC., 1983. 304 p.

DOS SANTOS, A. T. P. et al. Análise da elaboração de um protocolo para registros de acidentes em laboratórios de pesquisa e ensino. **Brazilian Journal of Development**, v. 6, n. 5, p. 28209-28223, 2020.

FATEMI, F.; DEHDASHTI, A.; JANNATI, M. **Implementation of chemical health, safety and environmental risk assessment in laboratories: A Case-Series Study**. 2022. 16 p.

FERREIRA AVS, Garcia E. Suporte básico de vida. **Revista da Sociedade de Cardiologia**, Estado de São Paulo. v. 11, n. 2, p. 214-225. 2001.

FIGUEIREDO, D. V. **Manual para gestão de resíduos perigosos de instituições de ensino e pesquisa**. Belo Horizonte: Conselho Regional de Química de Minas Gerais, 2006. 92 p.

FONSECA, J. C. L. da. **Manual para gerenciamento de resíduos perigosos**. São Paulo: Cultura Acadêmica, 2009. 28 p.

GOMES, J. P. B. D. S. **Exigências básicas de segurança contra incêndio: Um estudo de caso no Instituto de Química da UFRN**. 2018. 98 f. Monografia (Especialização em Engenharia de Segurança do Trabalho) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2018.

GONÇALVES, C. W. de A. **Análise da prevenção de acidentes de trabalho no laboratório de química da UFERSA - Campus Caraúbas/RN**. 2018. 59 f. Monografia (graduação), Universidade Federal Rural do Semiárido, Curso de Ciência e Tecnologia, Caraúbas, RN, 2018.

HALL, S. K. **Chemical safety in the laboratory**. Lewis Publishers. Boca Raton. 2018. 288 p.

HILL JR., ROBERT H. Recognizing and understanding hazards—The key first step to safety. **Journal of Chemical Health and Safety**, v. 26, n. 3, p. 5-10, 2019. Disponível em: <http://www.ufma.br/portalUFMA/arquivo/3c85c88c4fc6e33.pdf>. Acesso em: 02/09/2020.

KAWATA, R. M. **Riscos ocupacionais de laboratório de pesquisa**. 2018. 76 f. Monografia (Especialização em Engenharia de Segurança do Trabalho) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Londrina, 2018.

LEMKE, A. R. **Elaboração de uma lista de verificação de segurança em laboratórios químicos**. 2021. 62 p.

LINO, A. S.; DA SILVA TRINDADE, J. D.'Arc; DE OLIVEIRA, C. C. Uma ferramenta para o ensino das boas práticas de laboratório e segurança química na formação de profissionais. **Educação Química em Punto de Vista**, v. 4, n. 2, 2020.

LOPES, A. R. C. et al. **Primeiros-socorros e segurança em ambientes de laboratório**. Manual de Biossegurança, v. 40080, 2001. 251 p.

LUXON, S. G. Hazards in the chemical laboratory. **Royal Society of Chemistry**. Cambridge. 5. ed., 1992. 675 p.

**MANUAL básico de conduta no laboratório multidisciplinar de pesquisa**. CESMAC Centro Universitário. Disponível em: <https://cesmac.edu.br/admin/wpcontent/uploads/2015/09/Manual-B%C3%A1sico-de-conduta-no-laborat%C3%B3rioMultidisplinar-de-Pesquisa.pdf>. Acesso em: 02/09/2020.

**Manual de conduta em laboratório de química e normas de segurança**. Universidade Federal da Paraíba, Instituto de Química. Disponível em: <http://www.quimica.ufpb.br/arymaia/MANUAL%20DE...pdf>. Acesso em: 09/09/2021.

**MANUAL de regras básicas de segurança para laboratórios de química**. Universidade Federal de Santa Catarina. Disponível em: <http://ppgqmc.posgrad.ufsc.br/files/2016/12/Manual-deSeguran%C3%A7a-do-Departamento-de-Qu%C3%ADmica-da-UFSC.pdf>. Acesso em: 02/09/ 2020.

**MANUAL de segurança em laboratório de química**, Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Baiano. Disponível em: <http://www.ifbaiano.edu.br/unidades/lapa/files/2015/06/manual-seguranca-labs.pdf>. Acesso em: 20/11/2021.

MARTINS, H. S. **Emergências clínicas**: abordagem prática. 9. ed. Barueri São Paulo: Editora Manole. 2014.1400 p.

NATIONAL RESEARCH COUNCIL. **Prudent practices in the laboratory**: handling and management of chemical hazards, updated version. 2011. 360 p.

OLIVEIRA, C. M. A. et. Al. **Guia de laboratório para o ensino de química**: Instalação, montagem e operação. Conselho Regional de Química IV Região (SP-MS). Comissão de Ensino Técnico. São Paulo, 2007.

NOGUEIRA, R. **Extintores de incêndio: Uma orientação técnica**. 1.ed., Rio de Janeiro: GC Brasil, 2017. 71 p.

RASOOL, S. R. et al. Fire and explosion hazards expected in a laboratory. **Journal of Laboratory Chemical Education**, v. 4, n. PNNL-SA-118942, 2016.

REIS, E. L. **Química geral**: Práticas fundamentais. Editora UFV, 2.ed. 2021. 130 p.

SANTOS, T. F. P. dos. **Análise de acidentes em laboratórios químicos e similares**. 2017. 78 f. Tese de Doutorado. Instituto Politécnico de Setúbal. Escola Superior de Tecnologia de Setúbal, Portugal, 2017.

STEHLING, M. M. C. T. et al. Fatores de risco para a ocorrência de acidentes em laboratórios de ensino e pesquisa em uma universidade brasileira. **Revista Mineira de Enfermagem**, v. 19, n. 1, p. 101-112, 2015.

TEIXEIRA, P.; VALLE, S. **Biossegurança: uma abordagem multidisciplinar**. 2.ed. Rio de Janeiro, RJ: FIOCRUZ, 2010. 442 p.

ULIANA, C. A. **Condições de segurança em um laboratório acadêmico do Departamento de Química da UFSCar: análise diagnóstica e proposta de um Manual para procedimentos seguros**. 2020. 109 f. Dissertação (Gestão de Organizações e Sistemas Públicos), Centro de Educação e Ciências Humanas, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP, 2020.

VAL, A. M. G.; NASCENTES, C. C.; MACHADO, J. C. **Segurança e técnicas de laboratório I**. Curso de Licenciatura em Química. UFMG, 2008. 154 p.

ZAKRZEWSKI, S. F. **Principles of environmental toxicology**. American chemical society. Series 190. ACS. Washington. 2. ed. 1991. 270 p.

---

## Confiabilidade analítica na análise de alimentos

Josiane Bartz

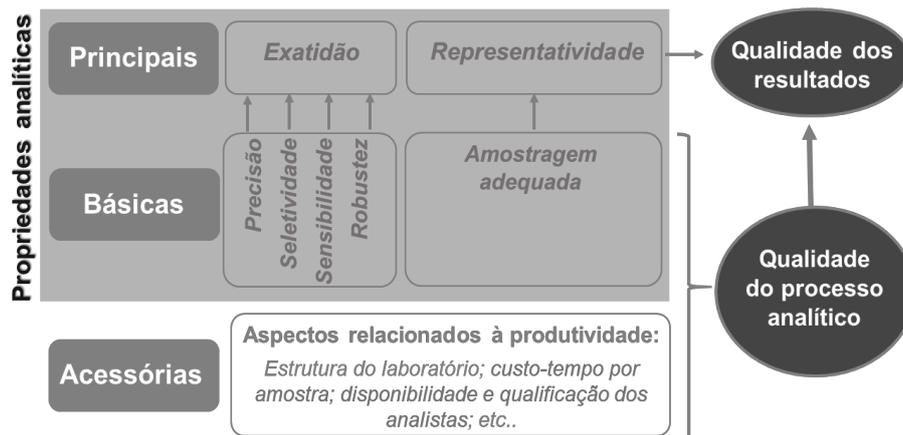
<https://doi.org/10.4322/mp.978-65-84548-11-4.c4>

A confiabilidade analítica pode ser definida como um conjunto de propriedades que auxiliam na caracterização das informações analíticas em termos de qualidade e utilidade para os usuários finais. É uma função cumulativa e se materializa em várias propriedades que são usadas como indicadores de qualidade. Tais indicadores permitem avaliar, comparar e validar métodos e processos analíticos e os resultados que eles fornecem de maneira fundamentada e eficiente. Por exemplo, ter um conhecimento prévio do nível de exatidão exigido, da rapidez com que os resultados serão produzidos e do custo máximo aceitável por amostra, entre outros requisitos, é essencial para facilitar e fornecer embasamento para a tomada de decisões corretas e oportunas. Sem essa referência, estratégias e trabalhos analíticos de laboratório não fazem sentido.

O fluxograma da Figura 1 agrupa os dois elementos essenciais da qualidade analítica e sua correlação com outras propriedades básicas e acessórias de maneira hierárquica conforme proposto por Válcárcel e Ríos (1993). As propriedades analíticas, vistas individualmente ou coletivamente, não são independentes umas das outras, mas podem exibir relações mútuas e, ocasionalmente, opostas. As setas no esquema ilustram a dependência das propriedades principais em relação às propriedades básicas, uma vez que precisão, sensibilidade, seletividade e robustez fornecem suporte para a exatidão, e a amostragem adequada constituiu a base para a representatividade.

O desenvolvimento do processo analítico e, conseqüentemente, sua qualidade, também deve considerar aspectos relacionados à sua produtividade e segurança, tal como estabelecido no fluxograma da Figura 1 como “propriedades acessórias”. Um bom gerenciamento do tempo, custos, materiais,

reagentes, mão-de-obra e atenuação de riscos, conduzem a maior agilidade, economia, automação, segurança e conforto pessoal. Tais fatores dependem em grande parte da estrutura que um laboratório apresenta e do quanto o mesmo é conduzido para operar de forma eficiente. O equilíbrio entre esses objetivos é o que determina em grande parte a qualidade do processo analítico e, por conseguinte, dos resultados.



**Figura 1.** Propriedades analíticas e suas relações entre si e com a qualidade analítica. Adaptado de VÁLCARCEL, 1993.

### 1. Propriedades analíticas principais

O adjetivo "principal" é sinônimo de "fundamental" e de "superior" e é usado aqui para qualificar as propriedades no topo da hierarquia analítica: **exatidão e representatividade**.

Ambas são complementares e dependerão da qualidade do trabalho realizado fora (amostragem) e dentro do laboratório (processo analítico). Um resultado altamente exato é completamente inútil quando não é representativo da amostra pois não a descreve e, portanto, não resolve qualquer problema analítico em questão. Igualmente, a exatidão também valida a representatividade já que esta se torna irrelevante caso as informações analíticas forem inexatas. Logo, a qualidade dos resultados somente é alcançada quando exatidão e representatividade são obtidas simultaneamente. Na sequência estão resumidas as características mais relevantes das propriedades analíticas principais.

## 1.1. Exatidão

A exatidão é a propriedade analítica mais intimamente relacionada ao trabalho de laboratório em que a composição química de uma amostra conhecida é determinada. É complementar à representatividade porque permite que sejam feitas determinações analíticas específicas sobre uma amostra. Em termos amplos, a exatidão é definida como o grau de consistência entre um resultado com o valor real do que se está determinando. Essa definição é puramente teórica, pois em termos práticos o valor verdadeiro, que é puramente ideal, deve ser substituído por um valor de referência aceito como verdadeiro. Isso pode ser feito a partir da utilização de materiais de referência (certificados ou não), uso de padrões analíticos, etc.

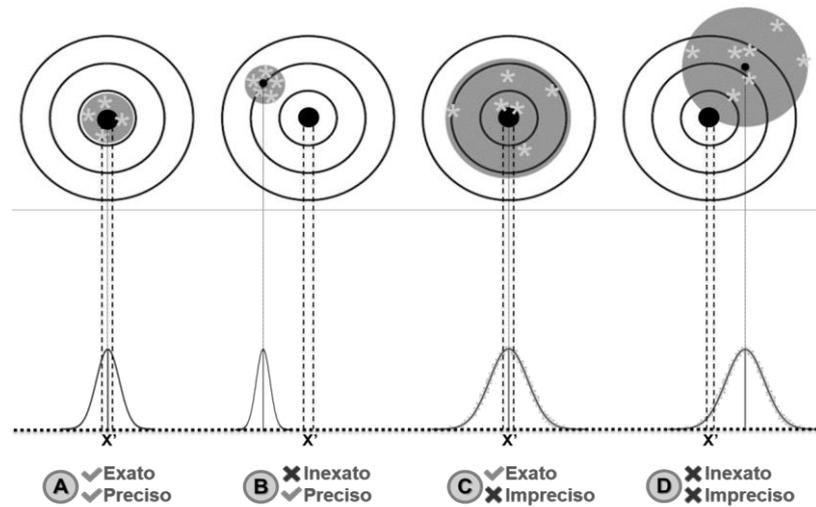
Para estimar adequadamente a exatidão é preciso considerar não apenas a proximidade de um resultado ao valor tido como verdadeiro, mas também a coerência entre os resultados repetidos que compõem a sua média. Ou seja, para definir a exatidão de um método, deve-se conhecer previamente sua precisão e comparar a dispersão dos resultados com a do valor tido como verdadeiro. Na Figura 2 estão quatro exemplos relacionando exatidão com precisão e como tal define a qualidade de um resultado em relação a um valor de referência tido como verdadeiro:

A - O resultado é preciso e exato, pois a média do conjunto de resultados se concentra bem próxima ao intervalo de  $X'$ .

B - O resultado não é exato, ainda que preciso, pois está muito distante do intervalo de  $X'$ .

C - O resultado embora exato, é menos preciso que na situação A pois, ainda que a média dos valores seja compatível com  $X'$ , esta apresenta uma alta dispersão (incerteza) em relação a esse valor.

D - O resultado não é exato nem preciso. O intervalo de incerteza para  $X'$  abrange apenas uma pequena fração daquele para a média do conjunto de dados.



**Figura 2.** Relação entre exatidão e precisão na determinação de um resultado.

Os quatro métodos principais, propostos para o estudo da exatidão, são baseados no uso de material de referência certificado (MRC), na comparação do método proposto com um método de referência, no uso de ensaios de recuperação na matriz e em estudos colaborativos.

## 1.2. Representatividade

No contexto analítico, a representatividade é sinônimo de consistência dos resultados com o material do qual as amostras são extraídas e com o objetivo da análise em questão. Um claro entendimento do problema analítico a ser respondido é determinante na maneira como as amostras serão obtidas e analisadas.

A seleção de uma amostra representativa e dos protocolos combinados para amostragem e análise devem basear-se no claro entendimento da natureza dos alimentos. Amostragem adequada é essencial para atingir um grau de representatividade apropriado ao problema analítico e, assim, fornecer resultados de qualidade. Exatidão na análise de uma amostra não representativa não tem sentido.

Por exemplo, uma determinação precisa do conteúdo de gordura do leite em apenas algumas embalagens selecionadas aleatoriamente pelo uso de metodologias validadas com base em instrumentação moderna não é uma informação analítica útil se o objetivo é determinar o conteúdo de gordura de um

lote de 10.000 embalagens. É necessária uma amostragem estatística apropriada para que as informações produzidas sejam representativas do problema como um todo.

Os alimentos são muito variáveis em sua composição, principalmente os alimentos frescos de origem vegetal. Deve-se levar em consideração que existem comportamentos fisiológicos distintos, modificações advindas do tipo de processamento aplicado ao alimento e diferenças na composição entre as várias partes de um mesmo alimento. A importância da fase de amostragem não pode deixar de ser exaustivamente enfatizada. Se a porção ensaiada (amostra) não for representativa do material original, não será possível relacionar o resultado analítico medido àquele no material original, não importando a qualidade do método analítico, nem o cuidado na condução da análise. A representatividade é, portanto, um pré-requisito inevitável e determinante de todo o processo analítico e nenhuma outra propriedade analítica pode ser justificada na ausência de representatividade.

Embora seja bastante difícil avaliar a representatividade, certas aproximações estatísticas podem ser aplicadas a técnicas de amostragem que as tornam mais fáceis de implementar e mais confiáveis. Planos de amostragem podem ser aleatórios, sistemáticos ou sequenciais, e podem ser empregados para obtenção de informações quantitativas ou qualitativas, ou para determinar a conformidade ou não-conformidade com uma especificação. Em muitos casos, é imperativo considerar peculiaridades da amostra e investigar uma variedade de técnicas para garantir uma pergunta analítica adequadamente definida que fornecerá resultados representativos do problema científico abordado.

## **2. Propriedades analíticas básicas**

Precisão, seletividade, sensibilidade e robustez são as quatro propriedades analíticas básicas que caracterizam o processo analítico (método). Amostragem adequada, outro objetivo analítico básico, não é estritamente uma propriedade analítica.

Resultados exatos não são possíveis sem sensibilidade adequada, ausência de interferências e repetibilidade/reprodutibilidade razoável (isto é, baixa incerteza). Assim como nenhuma representatividade pode ser reivindicada

na ausência de amostragem adequada. Segue uma descrição dos aspectos mais relevantes de cada propriedade.

## 2.1. Precisão

A precisão é uma propriedade básica do processo analítico e pode ser definida como o “grau de consistência entre um conjunto de resultados obtidos aplicando-se um mesmo método analítico separadamente (testes independentes) a alíquotas individuais de uma amostra”. Precisão é sinônimo de agrupamento, logo, quanto menor a dispersão maior será a precisão e vice-versa. Os parâmetros usados para medir a precisão estão relacionados a erros aleatórios (indeterminados) e medem a dispersão ou desvio dos resultados entre si e entre a sua média no caso de análises quantitativas, ou como taxas de verdadeiro e falso positivo (e negativo) no caso de análises qualitativas.

A precisão não é um conceito único e isolado, sendo dependente do objeto ao qual se aplica e da maneira como o conjunto de resultados é obtido. Ela pode ser expressa em relação a um resultado individual, a todos os resultados ou a média de uma parte desses resultados.

Embora, por definição, o método e a amostra sejam mantidos durante as medições, o laboratório, instrumentos, aparelhos, reagentes, padrões, operadores e período de tempo poderão variar entre as medidas. Quanto mais diferentes forem as condições experimentais, mais diversas serão as fontes de variabilidade e maior será a dispersão dos resultados. Assim, considerando as condições em que os dados são obtidos, a precisão poderá ser calculada em termos de repetibilidade e reprodutibilidade (ou suas variantes).

A **repetibilidade** pode ser definida como a dispersão dos resultados para testes independentes entre si, usando o mesmo método aplicado a alíquotas da mesma amostra, no mesmo laboratório, pelo mesmo operador, usando o mesmo equipamento por um curto intervalo de tempo. Ou seja, medições feitas sob condições que podem ser repetidas. Já a **reprodutibilidade**, em termos gerais, consiste na dispersão dos resultados obtidos aplicando o mesmo método à mesma amostra em condições que podem ser reproduzidas, isto é, diferentes dias, operadores, equipamentos ou laboratórios. A terminologia para designar ensaios intra ou interlaboratoriais pode variar entre as instituições reguladoras. A ANVISA, por exemplo, subdivide este parâmetro em “**precisão intermediária**”

para classificar a variabilidade dos resultados produzidos em um mesmo laboratório enquanto a **reprodutibilidade** se limita a verificação do desempenho do método por diferentes laboratórios.

A diferença mais saliente entre repetibilidade e reprodutibilidade é o grau de rigor. Como a repetibilidade é calculada sem alterações nas condições experimentais e invariavelmente leva a valores de precisão mais altos (ou seja, a menor dispersão nos resultados) do que a reprodutibilidade, que é calculada com alguma alteração nas condições e, portanto, reflete um rigor variável que depende de um, vários ou todas as condições experimentais. Ou seja, embora a reprodutibilidade seja menos precisa que a repetibilidade, ela é muito mais rigorosa porque os resultados são confirmados em diferentes condições experimentais. Em resumo, a repetibilidade reflete a dispersão mínima possível (maior precisão) e a reprodutibilidade a dispersão máxima possível (menor precisão) de um determinado processo analítico. Esses dois extremos representam os limites superior e inferior para os parâmetros com base nos quais a dispersão é expressa.

## 2.1. Seletividade e especificidade

Quando se deseja avaliar um determinado analito em uma amostra alimentícia, é necessário levar em consideração que, de maneira geral, esta será composta também por uma matriz e por outros componentes. Estes, ainda que não sejam de interesse para a medição, poderão ter algum efeito no desempenho da mesma, assim como a magnitude desse efeito poderá depender de sua concentração no alimento. Assim, o efeito de interferentes pode impedir que um método seja seletivo para um determinado analito ou conduzir a erros sistemáticos que alteram o resultado final deste.

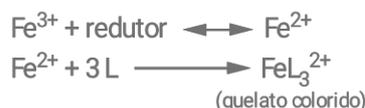
A **seletividade** é uma propriedade básica que suporta a exatidão e representa, em termos gerais, o grau em que um método pode determinar um analito na presença de outros analitos, matrizes ou de outro material potencialmente interferente. Um método é chamado seletivo mesmo quando produz respostas para vários analitos, desde que se possa distinguir a resposta de um analito da dos outros. Já o termo **especificidade**, muitas vezes utilizado erroneamente como sinônimo de seletividade, refere-se à capacidade de um método em responder para apenas um analito de interesse.

Interferências são perturbações que alteram algumas ou todas as etapas do processo analítico a partir de erros sistemáticos que aumentam ou diminuem o resultado em relação ao valor considerado verdadeiro. Em outras palavras, se a seletividade não for assegurada, a exatidão do método estará seriamente comprometida. As interferências podem ser ocasionadas por um ou múltiplos interferentes e são classificadas de acordo com a sua origem, sinal, efeito na curva de calibração e mecanismo pelo qual a perturbação é exercida:

- Em relação à origem, as interferências podem ser químicas (espécie química interferente produz uma reação de cor semelhante à produzida pelo analito por adição de um reagente (ligante) à amostra), físicas (por exemplo, causado por partículas suspensas em uma amostra que dispersa a luz durante medições da intensidade de fluorescência do analito ou de seu produto de reação) e instrumental (por exemplo, quando a taxa de fluxo e/ou a temperatura operacional não são cuidadosamente controladas em cromatografia gasosa).
- Em relação ao sinal analítico, as interferências podem tanto causar um aumento de sinal, e levar a resultados sujeitos a erros sistemáticos positivos (exemplo das interferências químicas citadas anteriormente) ou diminuir o sinal, causando erros negativos (por exemplo, na presença de uma espécie mascarada que reage competitivamente com um reagente que deveria interagir apenas com o analito).
- O mecanismo pelo qual a interferência é produzida pode ser semelhante ou idêntico ao qual o analito produz seu sinal (exemplo das interferências químicas anterior) ou diferente dele (exemplo das interferências físicas em uma determinação química).
- O efeito na curva de calibração depende da relação da interferência em questão com o analito. Assim, interferências aditivas são causadas por espécies ou efeitos independentes da concentração do analito (a curva de calibração possui uma interceptação positiva ou negativa, embora independente do espaço em branco, e é deslocada para cima ou para baixo como resultado). Interferências proporcionais surgem quando a perturbação depende do nível de concentração do analito, uma vez que a sensibilidade é aumentada ou diminuída como resultado da mudança na inclinação da parte linear da curva de calibração. Também pode ser o caso de múltiplas interferências as quais produzem erros aditivos e proporcionais. Interferências na determinação de um único analito (ou

a concentração total de analito em uma mistura) podem surgir da matriz da amostra, assim como a determinação discriminante de vários analitos também pode estar sujeita a interferências mútuas entre os analitos.

Para ilustrar alguns dos tipos mais comuns de interferências, tendo em vista uma abordagem qualitativa da sensibilidade, pode-se utilizar o exemplo da determinação de ferro em vinho a partir de um método colorimétrico. O método envolve adicionar um redutor, como ácido ascórbico ou hidroxilamina, a uma alíquota de vinho para reduzir  $\text{Fe}^{3+}$  a  $\text{Fe}^{2+}$ , ajuste do pH pela adição de um tampão e de um ligante como 1,10-fenantrolina para formar um quelato solúvel fortemente colorido ( $\text{FeL}_3^{2+}$ ) (equação) cuja alíquota é usada para medir a absorvância a 510 nm.



A determinação de  $\text{Fe}^{2+}$  no vinho pela formação de um quelato colorido pode ser interferida por três fatores diferentes:

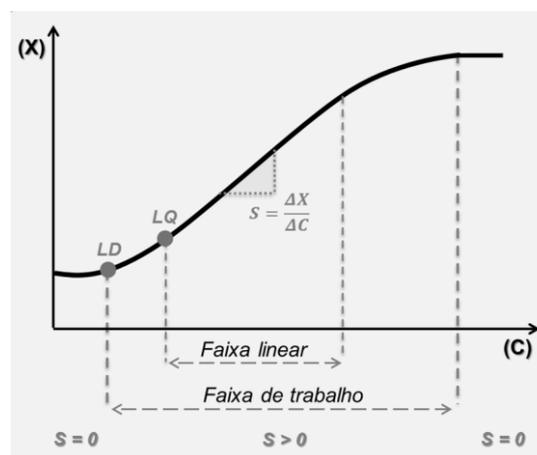
- 1) A cor típica do vinho tinto, que pode aumentar as leituras de absorvância do fotômetro e levar a erros positivos (sinal aumenta) pelo efeito do instrumento que mede um excesso de cor (por exemplo, pela presença de taninos no vinho tinto). Embora seja de natureza química, esse fenômeno surge da presença de outras substâncias no vinho e não de uma reação química (quelação) do  $\text{Fe}^{2+}$  ou outros íons.
- 2) A formação de quelatos coloridos com  $\text{Cu}^{2+}$ , resultante de uma reação indesejada do ligante com íons  $\text{Cu}^{2+}$  no vinho, a qual pode ser uma fonte de interferência se os quelatos cuprosos forem visíveis no comprimento de onda medido e levar a um erro positivo do sinal devido ao excesso de cor. Essa interferência é de natureza química e surge da formação de quelatos coloridos e, portanto, pelo mesmo mecanismo usado para determinar o  $\text{Fe}^{2+}$ .
- 3) A formação de quelatos incolores de  $\text{Fe}^{2+}$  com íons fluoreto impede que a totalidade de íon ferroso seja quelatado pelo ligante (L) e se torne "visível" ao fotômetro. Isso leva a uma redução do sinal ("uma deficiência de cor"). Essa

interferência também é de natureza química e também surge da formação de quelatos.

## 2.2. Sensibilidade

A sensibilidade pode ser definida tanto como “a capacidade de detectar (análise qualitativa) ou determinar (análise quantitativa) pequenas quantidades de um analito em uma amostra” quanto pela “capacidade de discriminar entre concentrações similares de analito”. É uma propriedade básica que caracteriza o método analítico e dá suporte para a exatidão dos resultados. Maior será a sensibilidade de um procedimento analítico quanto menores forem as concentrações de analito detectadas ou determinadas, ou mais similares, que possam ser distinguidas.

Maior será a sensibilidade quanto mais marcada for a alteração no sinal produzido por uma pequena alteração na concentração do analito. Essa ideia pode ser expressa graficamente através de uma curva de calibração, na qual a sensibilidade corresponde à inclinação da parte linear central da mesma. Comumente, a curva é construída experimentalmente medindo os sinais para uma série de padrões de concentração conhecidas crescentes do analito (dentro da faixa de concentração pretendida ou esperada da amostra), incluindo um “branco analítico” (amostra sem o analito). A Figura 3 corresponde a uma curva de calibração típica que exibe várias faixas que permitem avaliar a sensibilidade em três partes distintas pela variação do sinal analítico (X) como a concentração de analito (C):



**Figura 3.** Representação gráfica dos parâmetros de sensibilidade com base na curva de calibração.

- Em **baixas concentrações** de analito ( $S = 0$ ), o mesmo não pode ser detectado ou determinado. Logo, o menor sinal possível (limite inferior da curva) é o produzido pelo instrumento em resposta a um espaço em branco (amostra que não contém analito e/ou ruído de fundo do instrumento) e o início da curva.
- Em **concentrações muito altas** de analitos, o sinal não varia mais com a concentração ( $S = 0$ ) e o maior sinal possível (limite superior da curva) corresponde ao nível de saturação do analito, além do qual o instrumento não pode detectar quantidades maiores.
- Em **concentrações intermediárias** de analito, a sensibilidade é diferente de zero ( $S > 0$ ). Nesse caso, uma faixa de trabalho é delimitada, e corresponde a faixa de concentração em que o sinal sai do sinal em branco (limite inferior) até o sinal de saturação (limite superior). O limite inferior é chamado de "**limite de detecção**" (**LD**) porque coincide com o ponto além do qual o analito pode ser diferenciado do branco.

Na região central da faixa de trabalho,  $S$  permanece constante, sendo essa a chamada "**faixa linear**". A faixa linear é a faixa de concentração em que o sinal varia linearmente com a concentração ao longo de uma linha reta e, portanto, de acordo com uma lei de primeira ordem na qual a inclinação e a sensibilidade serão constantes e equivalentes. A faixa linear é delimitada por outras duas regiões, onde  $S$  aumenta e diminui, respectivamente. O limite inferior da faixa linear define as coordenadas para o **limite de quantificação (LQ)** porque é o ponto além do qual a quantidade de analito na amostra pode ser determinada a partir de uma simples relação sinal-concentração. Já o limite superior da faixa linear é atingido quando há um desvio significativo da linearidade, ou seja, a resposta do sinal deixa de ter uma relação linear com o analito.

Como pode ser observado, a sensibilidade está inversamente relacionada aos limites de detecção e quantificação, ou seja, quanto mais baixo forem esses limites, maior será a sensibilidade de um método em relação a uma determinada amostra ou analito.

**Limite de detecção (LD)** é a menor quantidade ou concentração do analito na amostra que pode ser detectada, porém não necessariamente quantificada. Em termos mais práticos, o LD remete ao sinal produzido pelo

analito em determinada concentração que pode ser diferenciada, de forma confiável, do sinal do branco ou do ruído (se for o caso).

Conhecer o LD é especialmente crucial quando se trabalha com baixas concentrações do analito ou elementos-traço, como resíduos de defensivos agrícolas ou contaminantes. A importância dessa determinação e os problemas associados a ela advém do fato de que a probabilidade de detecção não muda rapidamente de “0” para “1” quando seu limiar é ultrapassado. Além disso, o tipo de matriz ou amostra pode exercer bastante influência no LD de um analito.

Dentre as muitas formas de estimar o LD, as mais comuns são a partir de métodos visuais, razão do sinal-ruído e a partir da curva analítica. De forma geral, o limite de detecção é estabelecido por meio da análise de soluções de concentrações conhecidas e decrescentes do analito, até o menor nível detectável. No caso de métodos não instrumentais (CCD-cromatografia de camada delgada, titulação, comparação de cor), a obtenção de uma aproximação desse limite pode ser feita visualmente, onde o limite de detecção é considerado o menor valor de concentração capaz de produzir o efeito visual esperado (mudança de cor, turvação, etc.). Para métodos que gerem uma linha de base (CLAE-cromatografia líquida de alta eficiência, CG-cromatografia gasosa, absorção atômica, espectrofotometria, etc.) o LD pode ser determinado pela comparação dos sinais medidos de amostras com baixas concentrações conhecidas do analito com os ruídos produzidos pelos brancos, definindo-se a concentração mínima em que o analito pode ser detectado com confiança. A relação sinal/ruído de 3:1 ou 2:1 é geralmente considerada aceitável para estimativa do limite de detecção. Também pode-se obter uma aproximação do LD a partir da curva de calibração (Figura 3) ou da análise de número apropriado de desvios-padrão de uma média de brancos.

**Limite de quantificação (LQ)** é definido como a menor quantidade ou concentração do analito em uma amostra que pode ser determinada com precisão e exatidão aceitáveis sob as condições experimentais estabelecidas. Acima do LQ, o instrumento pode discriminar diferentes quantidades (concentrações) de analito (ou, em outras palavras, o analito é "visível" para o instrumento e pode ser quantificado por ele).

O limite de quantificação é obtido por comparação dos sinais medidos de soluções contendo concentrações decrescentes do analito com as do branco,

estabelecendo-se a concentração mínima na qual o analito pode ser quantificado.

Assim como para o LD, o LQ pode ser estimado a partir do ruído da linha de base sendo tipicamente considerado como a concentração que produza relação sinal-ruído superior a 10:1. Também pode ser estimado a partir do limite inferior da faixa linear da curva de calibração (Figura 3).

### 2.3. Robustez

A robustez representa a resistência à mudança da resposta (resultado) quando um método analítico é aplicado independentemente a alíquotas da mesma amostra, mas sob condições experimentais ligeiramente diferentes. As alterações experimentais introduzidas na determinação da robustez de um método são usadas para identificar fontes potenciais de variabilidade na rotina prática. O objetivo final é detectar e quantificar as "fraquezas" experimentais do método, para que quaisquer fatores críticos possam ser antecipados e controlados, assegurando a confiabilidade e transferibilidade<sup>1</sup> do mesmo. Por exemplo, um método que tolera temperaturas entre 15 e 20 °C será mais robusto e confiável do que outro que fornece resultados aceitáveis apenas a 20 °C.

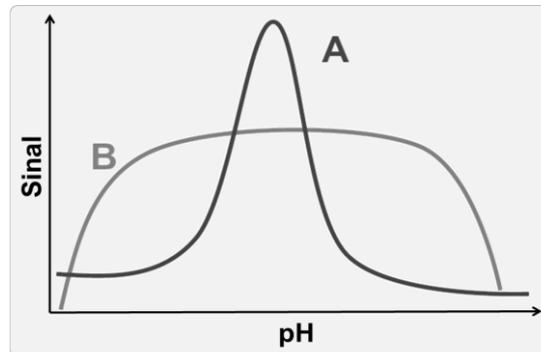
A robustez constitui uma propriedade atípica, pois não pode ser expressa quantitativamente. No entanto, pode ser testada, pela introdução deliberada de pequenas variações experimentais (por exemplo, influência da temperatura, pureza e tipo de reagentes utilizados, pH e condições de separação cromatográfica) e análise das consequências geradas por elas. Essas variações podem ou não ter uma influência significativa sobre o desempenho de um método e, à medida que afetam a resposta analítica, torna-se imprescindível manter a adoção de precauções para manter as condições de realização dos ensaios em um nível constante e aceitável de variabilidade.

O exemplo ilustrado na Figura 4 compara a robustez entre dois métodos em relação à variação de pH durante um processo analítico. O sinal de pH obtido com o método A muda abruptamente com a alteração dessa variável. Já o sinal obtido a partir do método B permanece similar em uma faixa de pH maior.

---

<sup>1</sup> A transferibilidade de um método representa sua capacidade de fornecer resultados consistentes quando aplicado/comparado por diferentes laboratórios.

Portanto, o método A é muito mais sensível e dependente do pH enquanto o método B é muito mais robusto que o método A.



**Figura 4.** Comparação da robustez entre dois métodos em relação ao pH.

Em geral, para verificar a robustez de um método analítico deve-se:

- Identificar as variáveis que poderiam ter um efeito significativo no desempenho do método;
- Planejar e realizar experimentos para avaliar o efeito de pequenas mudanças nos fatores variando-se a procedência ou pureza de reagentes, preparo de amostras, quantidades de amostras utilizadas, tempos de reação e eluição entre outros.
- Verificar a existência de efeitos significativos para todos os fatores ensaiados, isolados e conjuntamente para antecipar a possibilidade de efeito sinérgico, como por exemplo do tempo e da temperatura de reação.

A robustez de um procedimento analítico é convencionalmente determinada por comparações interlaboratoriais. No entanto, a avaliação do impacto que as condições de mudança têm no procedimento analítico pode ser previamente realizada dentro do laboratório.

### 3. Referências bibliográficas

BRASIL. Agência nacional de vigilância sanitária (ANVISA). Resolução nº 899, de 29 de maio de 2003. **Guia para validação de métodos analíticos e bioanalíticos**. Disponível em: [https://bvsms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/anvisa/2003/res0899\\_29\\_05\\_2003.html](https://bvsms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/anvisa/2003/res0899_29_05_2003.html). Acesso em: 13/04/2022.

BELTER, M.; SAJNÓG, A.; BARAŁKIEWICZ, D. Over a century of detection and quantification capabilities in analytical chemistry - historical overview and trends. **Talanta**, v. 129, n. 1, p. 606-616, 2014.

BIANCHI, F.; GIANNETTO, M.; Careri, M. Analytical systems and metrological traceability of measurement data in food control assessment. **Trends in Analytical Chemistry**, v. 107, p. 142-150, 2018.

BRITO, N. M.; JUNIOR, O. P. de A.; POLESE, L.; RIBEIRO, M. L. Validação de métodos analíticos: estratégia e discussão. **Pesticidas: Revista de Ecotoxicologia e Meio Ambiente**, v. 13, p. 129-146, 2003.

CÁRDENAS, S.; VALCÁRCEL, M. Analytical features in qualitative analysis. **Trends in Analytical Chemistry**, v. 24, n. 6, p. 477-487, 2005.

CASES, M. V.; LÓPEZ-LORENTE, A. I.; LÓPEZ-JIMÉNEZ, M. Á. **Foundations of Analytical Chemistry**. Cham: Springer International Publishing, 2018. 487 p.

CURRIE, L. A. Nomenclature in evaluation of analytical methods including detection and quantification capabilities (IUPAC Recommendations 1995). **Analytica Chimica Acta**, v. 391, p. 105-126, 1999.

EURACHEM. **The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics**. 2.ed. MAGNUSSON, B.; ÖRNEMARK, U (org.), 2014. Disponível em: [www.eurachem.org](http://www.eurachem.org). Acesso em: 05/09/2021.

FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS (FAO). **Validation of Analytical Methods for Food Control**: Report of a Joint FAO/IAEA Expert Consultation. Vienna, 1998. 19 p.

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, NORMALIZAÇÃO E QUALIDADE INDUSTRIAL (INMETRO). **Orientações sobre Validação de Métodos de Ensaio Químicos**: DOQ-CGCRE-008, Revisão 05, 2016.

KONIECZKA, P. The Role of and the Place of Method Validation in the Quality Assurance and Quality Control (QA/QC) System. **Critical Reviews in Analytical Chemistry**, v. 37 n. 3, p. 173-190, 2007.

McNAUGHT, A. D.; WILKINSON, A. **Compendium of Chemical Terminology, IUPAC recommendations**. 2.ed. Oxford: Blackwell Scientific Publications, 1997. Online version (2019) created by CHALK, S. J.

MILLER, J., N.; MILLER, J., C.; MILLER, R. D. **Statistics and chemometrics for analytical chemistry**. 7.ed. Harlow, 2018.

PAULA, A. P. de S. de; CUSTÓDIO, F. B. Programas da qualidade em laboratórios de análises microbiológicas de alimentos: percepção dos benefícios e dificuldades na implantação. **Brazilian Journal of Development**, v. 5, n. 6, p. 4622-4630, 2019.

SOUZA, G. B.; SOBRINHO, M. R.; BOZA, Y. (editores). **Validação de métodos para análise de alimentos: enfoque em análise centesimal**. 1.ed. São Paulo: REMESP, 2016. 123 p.

THOMPSON, M.; ELLISON, S. L. R.; WOOD, R. Harmonized guidelines for single-laboratory validation of methods of analysis (IUPAC Technical Report). **Pure and Applied Chemistry**, v. 74, n. 5, p. 835-855, 2002.

THOMPSON, M.; ELLISON, S. L. R.; WOOD, R. The International Harmonized Protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories (IUPAC Technical Report). **Pure and Applied Chemistry**, v. 78, n. 1, p. 145-196, 2006.

VALCÁRCEL, M.; CHRISTIAN, G. D.; LUCENA, R. Teaching social responsibility in analytical chemistry. **Analytical Chemistry**, v. 84, p. 6152-6161, 2013.

VÁLCARCEL, M.; RÍOS, A. The hierarchy and relationships of analytical properties. **Analytical Chemistry**, v. 65, n. 18, p. 781-787, 1993.

---

## Erros e incerteza analítica na análise de alimentos

Josiane Bartz, Mirian Ribeiro Galvão Machado

<https://doi.org/10.4322/mp.978-65-84548-11-4.c5>

Em uma situação real, típica dos laboratórios, os resultados irão diferir de seus valores de referência como consequência do efeito de *erros* oriundos de diferentes fontes durante uma medição.

Na química analítica, a palavra "erro" é usada em termos gerais para se referir a alterações nas informações fornecidas e descrever diferenças entre o valor mantido como verdadeiro e um resultado individual ou entre as médias de vários resultados ou entre os resultados. Um erro pode, portanto, ser atribuído a um resultado ou a um processo analítico.

Os erros podem ser aleatórios, sistemáticos ou grosseiros, dependendo do tipo de referência utilizada, da magnitude (grande ou pequena) e da propriedade analítica em questão.

### 1. Erros aleatórios ou indeterminados

Decorrem de flutuações experimentais típicas e variam de maneira imprevisível e, portanto, não podem ser localizados e corrigidos. Entretanto podem ser submetidos a um tratamento estatístico que permite saber qual o valor mais provável e também a precisão de uma série de medidas, pois eles devem seguir uma distribuição normal (distribuição de Gauss). Surgem quando o mesmo analito é submetido a várias determinações em uma mesma amostra ou, simplesmente, quando a mesma medição é feita várias vezes.

Os erros aleatórios variam em magnitude (raramente é muito grande) e resultam em superestimação ou subestimação, dependendo se elevam os dados acima ou abaixo da média. Pode ser atribuído a resultados individuais ou a um método/processo. A referência para o cálculo desse tipo de erro é a média aritmética de uma série de determinações.

Erros aleatórios estão relacionados à incerteza específica, que influencia a precisão do processo analítico e estabelece um intervalo de confiança em torno da média dos resultados, conseqüentemente, possui um sinal variável ( $\pm$ ).

## 2. Erros sistemáticos ou determinados

São devidos a alterações operacionais bem definidas, como uma falha no processo analítico (como por exemplo: pipetas descalibradas, presença de interferentes na amostra, filtração incompleta, reagente ou soluções deterioradas, etc.) e podem, portanto, ser determinados. Podem ser constantes ou proporcionais, caso dependam ou não da concentração do analito. Além disso, eles podem ser atribuídos a um resultado individual ou a um método. Erros sistemáticos influenciam a exatidão de um resultado e são definidos em termos de um valor de referência mantido como verdadeiro (por exemplo, o valor de um material de referência certificado).

Os erros sistemáticos podem ser agrupados em:

1) Erros de método: quando se realiza uma análise costuma-se seguir ou adaptar um procedimento ou método retirado da literatura. Entretanto, a realização de análises segundo um determinado método pode induzir a erros, inerentes ao próprio método, não importando quão cuidadosamente se trabalhe. Por exemplo, quando se faz uma análise volumétrica usando-se um indicador inadequado comete-se um erro que só será corrigido trocando-se o indicador usado.

Os erros inerentes a um método são provavelmente os mais sérios dos erros determinados, pois são aqueles devidos a solubilidade dos precipitados, a coprecipitação e pós-precipitação e a decomposição ou higroscopicidade da forma de pesagem. Em volumetria, cita-se o uso impróprio de indicadores e a aplicação do método a concentrações inadequadas.

2) Erros operacionais: consistem naqueles diretamente interligados às atividades rotineiras da logística, como falhas em processos, informações, equipamentos e comunicação precária. São geralmente devidos à ignorância, falta de cuidado e/ou limitação do analista, tais como, identificar a mudança exata da cor de um indicador em uma titulação, pesagem de cadinhos ainda quentes, calibrações incorretas, limpeza ineficiente da vidraria, identificação imprópria de amostra ou,

ainda, falta de cuidados específicos na preservação de amostras perecíveis, erros na execução de cálculos e/ou interpretação dos resultados, etc.

Alguns erros pessoais também podem ser considerados como precursores de *erros Indeterminados* já que escapam ao controle do observador afetando os resultados de um modo aleatório como é o caso específico das perdas e/ou contaminações ocorridas durante os processos de evaporação e/ou secagem de substâncias contidas em béqueres descobertos. Nesta classe de erros operacionais também está incluso o erro de pré-julgamento do analista, que tende a escolher o resultado que lhe é mais favorável ou ainda, a “forçar” resultados para que estes se aproximem a valores pré-concebidos.

3) Erros instrumentais ou devido a reagentes: estes erros podem ter origem no próprio instrumento de medida (fatores internos), tais como o uso de equipamentos ou vidraria volumétrica não aferidos, descalibrados ou com resolução incompatível com a medida a ser feita, ou em fatores ambientais (fatores externos), tais como a instalação de equipamentos sensíveis em salas sujeitas a variações de temperatura, umidade e poeira. Os instrumentos tendem a se deteriorar com o tempo sendo necessário a sua manutenção como frequentes padronizações e calibrações de modo a evitar e/ou monitorar este desgaste. Reagentes impuros ou contaminados também constituem uma fonte séria de erro sistemático em uma análise.

#### 4) Erros grosseiros

São erros positivos ou negativos que introduzem alterações graves nos resultados e podem ser facilmente detectados e evitados. Além disso, eles não requerem tratamento especial - os resultados em questão são simplesmente rejeitados, embora regras estatísticas possam ser utilizadas para esse fim.

São essencialmente erros sistemáticos, mas consideravelmente maiores em magnitude. Por exemplo, a perda de líquido decorrente do derramamento durante um processo de transferência para outro recipiente, ou a existência de algum interferente no hidróxido de amônio que reagisse com  $\text{Fe}^{3+}$  e impedisse sua precipitação quantitativa numa análise gravimétrica de  $\text{Fe}^{3+}$ , seriam causas gravíssimas de erro que impossibilitaram o uso dos resultados finais dessas análises.

### 3. Incerteza analítica e expressão de resultados

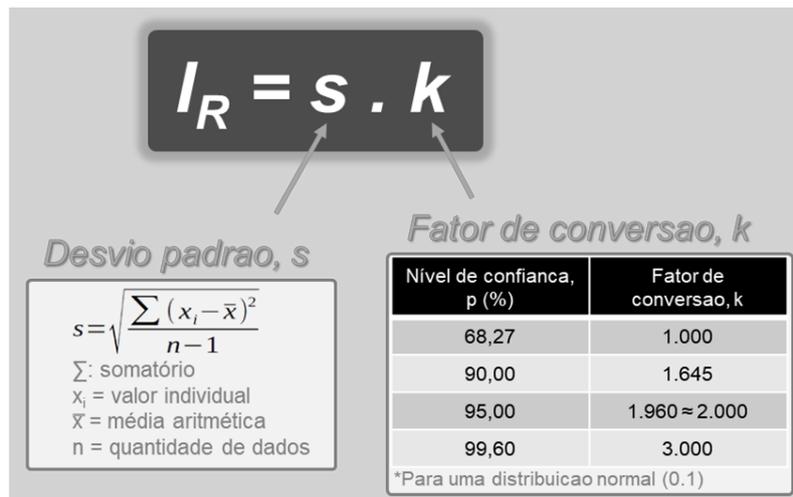
Uma vez que os processos de medição química estão inevitavelmente sujeitos a erros, a diferença entre cada resultado individual e o valor real de uma medição estará sujeita a uma incerteza. A estimativa dessa incerteza permite comparar dados e ajuda a tomar decisões sobre a significância estatística da diferença entre uma medição e um valor de referência relevante. Assim, a determinação da incerteza não implica que se coloquem dúvidas sobre a validade de uma medição, pelo contrário, o conhecimento da incerteza confere maior confiança na validade de um resultado.

A incerteza analítica compreende, em geral, muitos componentes. Portanto, é necessário determinar as fontes e os valores que podem agregar incerteza para as etapas específicas durante uma análise. Alguns destes componentes podem ser avaliados a partir da distribuição estatística dos resultados de séries de medições e podem ser caracterizados por desvios padrão. Uma declaração de incerteza é uma estimativa quantitativa dos limites, dentro dos quais o valor real é previsto se situar.

Qualquer resultado obtido para uma amostra ou uma série de medições em um processo analítico deve ser acompanhado por sua incerteza específica (ou por um intervalo de confiança) que representa a probabilidade do resultado estar nesse intervalo com um determinado nível de confiança (por exemplo, 95%) ao se repetir o processo analítico. O resultado, neste caso, configura a média de  $n$  resultados individuais obtidos pela execução do processo analítico  $n$  vezes em  $n$  alíquotas independentes. A incerteza específica,  $I_R$ , é o intervalo em torno do resultado em que existe uma determinada probabilidade de que um dos valores no intervalo seja obtido quando o processo analítico for repetido.

A incerteza analítica pode ser estimada estatisticamente através do cálculo de desvio-padrão ou da variância, medidas que dão uma ideia da dispersão de uma distribuição de dados. Um valor alto para a variância (ou desvio padrão) indica que os valores observados tendem a estar mais distantes da média, ou seja, sua distribuição é mais “dispersa”.

Assim, matematicamente, a  $I_R$  é o produto de uma constante  $k$  dependente do grau de confiança do intervalo e do desvio padrão de um conjunto de  $n$  resultados obtidos para uma amostra ou processo analítico (Figura 1). Os valores de  $k$  necessários para calcular a incerteza específica são tabulados.



**Figura 1.** Expressão matemática e variantes envolvidas no cálculo da incerteza específica de um resultado, IR.

#### 4. Número de algarismos significativos e arredondamento

Expressar adequadamente um resultado e sua incerteza específica implica o uso de um número apropriado de algarismos significativos de modo que apenas o último algarismo seja duvidoso. Este valor pode ser obtido diretamente (como na pesagem, determinação de um volume), ou indiretamente (a partir de cálculos). Os algarismos significativos de um dado (resultado) serão todos os seus números relevantes que são confiáveis mais o primeiro que está sujeito a alguma incerteza.

O número de algarismos significativos não depende do número de casas decimais. Por exemplo, no caso dos números: 0,002060; 0,2060; 2,060; 20,60; 206,0; e 2060, todos possuem 4 algarismos significativos visto que o algarismo zero é apenas significativo quando se encontra no meio de um número, ou no seu final, quando está associado a uma determinada medida. Para determinar quantos algarismos significativos existem em um número, o número deve ser “lido” da esquerda para a direita até chegar ao primeiro algarismo que não é zero. Esse algarismo e todos os subsequentes são chamados de significativos.

Para se evitar ambiguidade e facilitar a interpretação, é conveniente expressar resultados múltiplos de uma potência de dez (positiva ou negativa) em notação exponencial. Por exemplo, o número 730 possui 3 algarismos

significativos mas ficará com apenas 2 algarismos significativos quando expresso em notação exponencial:  $7,3 \cdot 10^2$ .

Quando dados contendo diferentes números de algarismos significativos são adicionados, subtraídos, multiplicados ou divididos, geralmente são dois os pontos a se considerar:

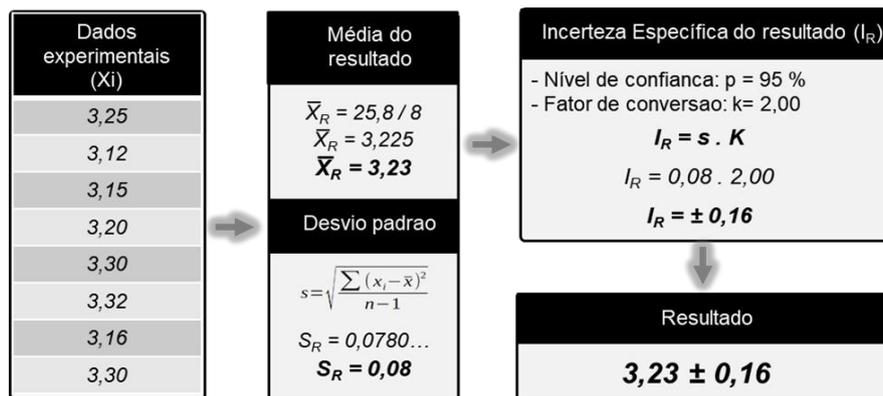
- 1) O resultado final nunca deve conter mais algarismos significativos do que o dado inicial com o menor número de algarismos significativos;
- 2) Os dados iniciais não devem ser arredondados (o arredondamento deve ser adiado até que o resultado final seja calculado).

O **arredondamento** é uma necessidade frequente quando o dígito incerto de um número é seguido por outros. Se o dígito à direita for **maior que 5**, o dígito incerto é aumentado em um (por exemplo, 3,248 é arredondado para 3,25); se for **inferior a 5**, o dígito não é alterado (por exemplo, 3,242 é arredondado a 3,24); finalmente, se for **exatamente 5**, o dígito é arredondado para o número par mais próximo (por exemplo, 9,65 se torna 9,6 e 4,75 é arredondado para 4,8).

Deve ser lembrado que o número de algarismos significativos de um resultado é estritamente dependente do valor de *incerteza* calculado para este. A anotação da determinação exige a apresentação do valor da incerteza com no máximo dois dígitos significativos e um resultado com a mesma precisão (mesmo número de algarismos após a vírgula) que o valor da *incerteza*. Este requisito frequentemente torna necessário arredondar os valores obtidos para o número apropriado de algarismos.

## 5. Expressando um resultado analítico

Com os conceitos de incerteza analítica, algarismos significativos e arredondamento já elucidados, o exemplo da Figura 2 permite visualizar em detalhes todos os cálculos envolvidos na determinação de um resultado e sua incerteza específica para um conjunto de dados.

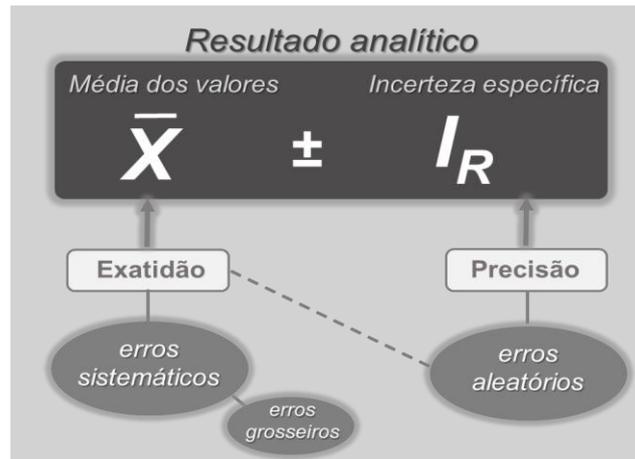


**Figura 2.** Cálculos e expressão de um resultado analítico e sua incerteza específica.

Nesse exemplo, 8 alíquotas de uma mesma amostra são submetidas a um processo analítico e os dados obtidos são usados para calcular uma média e seu desvio padrão. O fator de conversão tabulado para k no nível de confiança de 95% é usado para calcular a incerteza específica (arredondado para o mesmo número de algarismos significativos que os dados experimentais). A incerteza específica é então usada para calcular a média dos resultados na tabela, que é arredondada para o mesmo número de algarismos significativos que a incerteza específica. Ou seja, a incerteza específica define os limites para o resultado, aplicando as regras usuais de arredondamento.

## 6. Relações entre erros, exatidão e precisão na expressão de resultados analíticos

Na Figura 3 visualiza-se como expressar um resultado analítico e sua correlação com os erros e propriedades analíticas. A exatidão é a propriedade de um resultado que surge a partir da comparação com um valor de referência (por exemplo, um valor certificado ou um padrão), enquanto a precisão é uma propriedade do processo analítico e é expressa em termos da *incerteza específica* que acompanha este resultado.

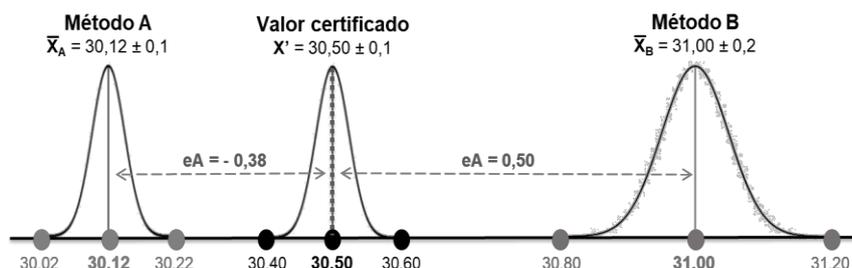


**Figura 3.** Expressão correta de resultados quantitativos e sua correlação com erros e as propriedades analíticas.

Como pode ser visto, os erros influenciam a exatidão e a precisão e, portanto, os resultados e a sua incerteza específica. Erros sistemáticos e grosseiros têm um impacto direto na exatidão e fazem com que os resultados se afastem em qualquer direção do valor de referência. Erros aleatórios influenciam principalmente a precisão e se materializam em incertezas específicas. Por serem a fonte de diferenças entre os resultados para o mesmo processo analítico, eles também podem ter um impacto indireto na exatidão de um resultado que representa a média de uma série de dados.

Logo, a precisão é essencial para caracterizar completamente a exatidão, pois restringe o resultado a um intervalo de confiança bem definido.

Tal correlação é melhor exemplificada pelo exemplo da Figura 4 onde a exatidão e precisão de dois métodos, A e B, podem ser comparados usando o valor de um material de referência certificado (MRC) e seu intervalo de confiança como parâmetro.



**Figura 4.** Comparação entre exatidão e precisão entre diferentes métodos.

Para determinar se os resultados são exatos, é necessário considerar a incerteza específica para o MRC e para os resultados de cada método. Se os resultados estiverem dentro do intervalo de incerteza do MRC, eles serão exatos. Se, pelo contrário, nenhum dos resultados estiverem dentro desse intervalo, será necessário verificar se as incertezas específicas dos métodos compartilham alguma região com a do MRC. No exemplo, nenhum dos resultados ou seus respectivos intervalos de incerteza se enquadram no intervalo de incerteza do MRC.

Portanto, como mostrado no exemplo, nenhum dos resultados é exato. No entanto, embora nenhum dos resultados seja exato, os dois podem ser comparados para identificar qual está mais próximo do valor de referência (a partir do cálculo da diferença entre o erro absoluto de cada método e do MRC). Como pode ser visto pela diferença/distância entre os erros absolutos calculados, o resultado do método A é mais exato que o do método B porque sua média está mais próxima a do valor do MRC (0,3 vs. 0,5).

Já para identificar o método mais preciso é necessário comparar a largura dos intervalos de incerteza para os resultados. Como a precisão está inversamente relacionada à dispersão, o método que exibe um intervalo mais amplo (ou seja, maior dispersão em seus resultados) será menos preciso. Como o método A tem uma incerteza específica menor que o método B (0,1 vs. 0,2), o primeiro é mais preciso que o segundo.

## 7. Referências bibliográficas

AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA (ANVISA). **Guia para qualidade em química analítica: Uma assistência à habilitação**. Brasília, 2005. 74 p.

CASES, M. V.; LÓPEZ-LORENTE, A. I.; LÓPEZ-JIMÉNEZ, M. Á. **Foundations of Analytical Chemistry**. Cham: Springer International Publishing, 2018. 487 p.

EMONS, H.; HELD, A.; ULBERTH, F. Reference materials as crucial tools for quality assurance and control in food analysis. **Pure and Applied Chemistry**, v. 78, n. 1, p. 153-143, 2006.

FARRANCE, I.; FRENKEL, R. Uncertainty of measurement: a review of the rules for calculating uncertainty components through functional relationships. **The Clinical Biochemist Reviews**, v. 33, n. 2, p. 49-75, 2012.

FRAGA, H. C. de J. R.; FUKUTANI, K. F.; CELES, F. S.; BARRAL, A. M. P.; OLIVEIRA, C. I. de. Avaliação da implementação de um sistema de qualidade

em um laboratório de pesquisa básica: viabilidade e impactos. **Einstein**, v. 10, n. 4, p. 491-497, 2012.

GONÇALVES, E. B.; ANTONIASSI, R. Incerteza em resultados analíticos e verificação de conformidade de qualidade de alimentos. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 30, n. 4, p. 917-927, 2010.

ISO/IEC 17025: **General requirements for the competence of testing and calibration laboratories**. 1.ed. Geneva, 2017. Disponível em: <https://www.iso.org/files/live/sites/isoorg/files/store/en/PUB100424.pdf>. Acesso em: 13/04/2022.

KONIECZKA, P. The role of and the place of method validation in the quality assurance and quality control (QA/QC) system. **Critical Reviews in Analytical Chemistry**, v. 37 n. 3, p. 173-190, 2007.

LYN, J. A.; RAMSEY, M. H.; FUSSELLB, R. J.; WOOD; R. Measurement uncertainty from physical sample preparation: estimation including systematic error. **The Royal Society of Chemistry**, v. 128, p. 1391-1398, 2003.

MILLER, J., N.; MILLER, J., C; MILLER, Robert D. **Statistics and chemometrics for analytical chemistry**. 7.ed. Harlow, 2018. 312 p.

PAULA, A. P. de S. de; CUSTÓDIO, F. B. Programas da qualidade em laboratórios de análises microbiológicas de alimentos: percepção dos benefícios e dificuldades na implantação. **Brazilian Journal of Development**, v. 5, n. 6, p. 4622-4630, 2019.

RAMOS, L. Basics and advances in sampling and sample preparation. IN: PICO, Y. (org.). **Chemical analysis of food: Techniques and applications**, 2.ed. Madrid, 2020. 884 p.

SOUZA, G. B.; SOBRINHO, M. R.; BOZA, Y. (ed.) **Validação de métodos para análise de alimentos: enfoque em análise centesimal**. 1.ed. São Paulo: REMESP, 2016. 123 p.

SOUZA, A. C. de; ALEXANDRE, N. M. C.; GUIRARDELLO, E. de B. Propriedades psicométricas na avaliação de instrumentos: avaliação da confiabilidade e da validade. **Epidemiologia e Serviços de Saúde**, v. 26, n. 3, p. 649-659, 2017.

THOMPSON, M.; ELLISON, S. L. R.; WOOD, R. The international harmonized protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories (IUPAC Technical Report). **Pure and Applied Chemistry**, v. 78, n. 1, p. 145-196, 2006.

VALCÁRCEL, M.; CHRISTIAN, G. D.; LUCENA, R. Teaching social responsibility in analytical chemistry. **Analytical Chemistry**, v. 84, p. 6152-6161, 2013.



[www.meridapublishers.com](http://www.meridapublishers.com)