

IT-045.R-2 - INSTRUÇÃO TÉCNICA PARA ELABORAÇÃO DE MÉTODOS FEEMA (MF)

Notas:

Aprovada pela Deliberação CECA/CN nº 3.962, de 16 de janeiro de 2001.
Publicada no DOERJ de 23 de janeiro de 2001.

1 OBJETIVO

Estabelecer regras gerais para elaboração de Métodos FEEMA (MF), que se constituirão em parte integrante do Sistema de Licenciamento de Atividades Poluidoras - SLAP.

2 CONSIDERAÇÕES GERAIS E/OU ESPECÍFICAS

Os Métodos FEEMA (MF) poderão ser do tipo que fixa as condições para coleta, preservação e transporte de amostras ou do tipo que prescreve a maneira detalhada de executar análises e testes diversos de laboratório.

3 ESTRUTURA DOS MÉTODOS FEEMA (MF)

Os Métodos FEEMA (MF) devem estar divididos em capítulos obrigatórios e optativos, ordenados conforme roteiro a seguir:

3.1 OBJETIVO

Colocar no primeiro capítulo e indicar de modo preciso, a finalidade do documento.

Exemplos de início de redação:

- a) Definir o método colorimétrico da difenilcarbazida para determinação de cromo hexavalente a ser adotado nas atividades de controle de poluição das águas, como parte integrante do Sistema de Licenciamento de Atividades Poluidoras – SLAP.
- b) Definir as técnicas de preservação e acondicionamento de amostras a serem adotadas.

3.2 DOCUMENTOS DE REFERÊNCIA

Na aplicação deste método é necessário consultar:

Ex: MF-408 – MÉTODO DE PRESERVAÇÃO E ACONDICIONAMENTO DE AMOSTRAS DE ÁGUA, SEDIMENTOS E ORGANISMOS AQUÁTICOS.

3.3 DEFINIÇÕES

Para efeito deste MF são adotadas as definições, por exemplo:

3.3.1 *Cromo hexavalente – Toda quantidade do metal cromo na forma hexavalente em uma amostra de água.*

3.3.2 *Resíduos Sólidos Urbanos – São resíduos sólidos e semi-sólidos gerados num aglomerado urbano, excetuados os resíduos industriais, hospitalares sépticos e de aeroportos e portos.*

3.4 CONSIDERAÇÕES GERAIS

Apresentar requisitos de ordem geral aplicáveis aos objetivos do MF.

Exemplo: *Representatividade da amostra, emprego de técnicas adequadas, etc...*

Devido à dificuldade de se analisar uma amostra imediatamente após a sua coleta, torna-se necessário empregar técnicas de preservação que as mantenham inalteradas até o momento do seu exame.

3.5 PRINCÍPIO DO MÉTODO

Apresentar de maneira sucinta, em que se baseia o método em questão: princípio físico, químico, físico-químico ou biológico.

Exemplos:

a) *O método se baseia na identificação e quantificação dos praguicidas organoclorados e organofosforados, formulados em água e querosene, através de cromatografia gasosa.*

b) *O método se baseia na reação entre o íon fluoreto e uma laca vermelha de zircônio-Spands, dando formação a um complexo incolor estável.*

c) *O método se baseia na propriedade dos agentes tóxicos de inibir a mobilidade dos microcrustáceos de gênero Daphnia.*

3.6 RESUMO DA TÉCNICA

Fazer um resumo sucinto da técnica utilizada.

Exemplos:

- a) *Herbicidas - A amostra, após tratamento preliminar para remoção de interferentes, é esterificada com trifluoreto de boro e extraída com tolueno. O extrato orgânico é injetado no cromatógrafo gasoso.*
- b) *Alcalinidade – os íons hidroxila resultantes da dissociação ou hidrólise de substâncias são neutralizados com ácido padrão, por titulação potenciométrica, até o pH final predeterminado ou por titulação usando indicador.*

3.7 APLICABILIDADE

Fazer referência à aplicabilidade do mesmo, podendo ser acrescentada informação a respeito do campo onde o método não se aplica, no intuito de melhor delimitá-lo.

Exemplos:

- a) *O método é aplicável a amostras de água de abastecimento público, águas de superfície...*
- b) *Este método não é aplicável nos seguintes casos: amostras contendo sulfito, tiosulfito...*

3.8 INTERFERÊNCIAS

Citar todas as interferências positivas ou negativas, considerando os níveis de tolerância para cada caso, assim como os métodos para minimizá-las ou eliminá-las.

Exemplos:

- a) *Molibdênio e sais de mercúrio reagem com difenilcarbazida, produzindo cor, porém suas intensidades são inferiores à do cromo no pH especificado pelo método. Concentrações de molibdênio e mercúrio abaixo de 200 mg/L podem ser toleradas.*

b) *A pressão da bomba, durante a filtração, não deve exceder 0,5 atmosferas, a fim de minimizar perdas por fragmentação das algas.*

3.9 PRECISÃO E EXATIDÃO

Definir a magnitude da variação dos resultados das análises realizadas pelo método descrito.

A precisão é a reprodutibilidade do resultado de um método e é medida pelo desvio padrão relativo.

A exatidão é o grau de concordância entre o resultado de uma medição e um valor verdadeiro do objeto de medição e é medida pelo erro relativo.

Reprodutibilidade é o grau de concordância entre o resultado de uma grandeza submetida à medição.

Exemplo:

Segundo a Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20 th ed., 1985, dezenove laboratórios analisaram uma amostra sintética contendo 250 mg/L de sulfato, sendo encontrado um desvio padrão relativo de 9,1% e uma incerteza de 1,2%.

3.10 ALCANCE DO MÉTODO ANALÍTICO

Reportar através dos seguintes parâmetros:

3.10.1 Sensibilidade - menor alteração que se pode verificar em um valor medido por um método ou aparelho, conservando a sua repetibilidade.

Exemplo:

A sensibilidade do método é de 0,01 mg/L de ferro.

3.10.2 Limite de detecção - menor concentração de um elemento ou substância que pode ser detectada com 95% de certeza.

Exemplo:

O limite de detecção é de cerca de 1 mg/L de SiO₂ em tubos de nessler de 50 mL.

3.10.3 Faixa ótima de trabalho - faixa de concentração do parâmetro a ser determinado em que o método apresenta melhor precisão e exatidão.

Exemplo:

O método é adequado para concentrações de sílica na faixa de (0,4 a 25) mg de SiO₂/L. A faixa pode ser estendida diluindo-se as amostras de modo a se adequar a essa faixa ótima de trabalho.

3.11 APARELHAGEM E MATERIAL

Descrever e enumerar a aparelhagem e o material específico utilizado. Os equipamentos e materiais complementares utilizados, tais como estufa, balança, dessecador e balões volumétricos, devem ser listados.

3.12 REAGENTES E SOLUÇÕES

Os reagentes e soluções utilizados nos procedimentos, devem ser detalhados quanto ao preparo dos mesmos e as precauções de segurança no seu manuseio.

Os produtos químicos devem ser especificados quanto ao grau de pureza e as soluções devem ser expressas em concentração.

Exemplos:

- *ácido sulfúrico (H₂SO₄) 96%, d. 1,84.*
- *tiosulfato de sódio pentahidratado (Na₂ S₂O₃ 5H₂O), p.a*
- *solução de hidróxido de sódio p.a 1 N.
Pesar 40g de hidróxido de sódio (NaOH), p.a e diluir a 1 000mL em água destilada.*
- *solução de cloreto de sódio 10%.
Pesar 10 g de cloreto de sódio (NaCl) p.a, em béquer, dissolver em água destilada e completar o volume a 100 mL.*

3.13 ENSAIOS

Descrever todas as etapas do procedimento e as precauções de segurança.

3.14 CÁLCULOS

Utilizar as fórmulas e equações corretamente escritas. Os símbolos e constantes utilizados devem ter o seu significado indicado, especificando as unidades de medida utilizadas para a obtenção dos resultados.

Exemplo:

$$Cl^- = \frac{(A - B) \times N \times 35.450}{C}$$

onde:

Cl⁻ : concentração de íon cloreto (mg/L).

A : volume da solução de AgNO₃ gasto na amostra (mL).

B : volume da solução de AgNO₃ gasto no branco (mL).

N : normalidade da solução de AgNO₃.

35.450 = 35,45 x 1000

onde 35,45 : equivalente-grama de cloreto.

1 000 : fator de conversão de g para mg.

C: volume da amostra (mL).

3.15 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Relacionar as referências da bibliografia consultada na elaboração do método.

3.16 ANEXOS

São partes destacadas do texto para evitar solução de continuidade na seqüência lógica dos capítulos.

Justificativas, deduções, demonstrações e outras explicações complementares serão fornecidas em anexos.

Se necessário, o anexo pode apresentar referências bibliográficas relativas ao seu conteúdo.

4 INFORMAÇÕES COMPLEMENTARES

4.1 Outros capítulos, além dos mencionados, poderão ser inseridos no MF, de acordo com suas especificidades.

- 4.2 Tabelas e figuras devem ser intercaladas no texto logo após serem citadas, numeradas sequencialmente por capítulo.
- 4.3 Notas são de caráter informativo e serão utilizadas para prestar esclarecimentos, justificativas e explicações.
- 4.4 Substâncias químicas citadas no texto devem ter seu nome escrito por extenso acompanhado da fórmula molecular entre parênteses.