

Campus Duque de Caxias

Licenciatura em Química

Matheus Schuengue
Pimentel

ESTUDOS DE CASO NA ÁREA
DE ENSINO DE METROLOGIA
BÁSICA APLICADO AO ENSINO
MÉDIO TÉCNICO EM QUÍMICA

Duque de Caxias
2020

LICENCIATURA EM QUÍMICA

MATHEUS SCHUENGUE PIMENTEL

ESTUDOS DE CASO NA ÁREA DE ENSINO DE METROLOGIA
BÁSICA APLICADO AO ENSINO MÉDIO TÉCNICO EM QUÍMICA

IFRJ – CAMPUS DUQUE DE CAXIAS
2020

MATHEUS SCHUENGUE PIMENTEL

ESTUDOS DE CASO NA ÁREA DE ENSINO DE METROLOGIA
BÁSICA APLICADO AO ENSINO MÉDIO TÉCNICO EM QUÍMICA

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao Instituto Federal do Rio de Janeiro, como requisito parcial para obtenção do grau de Licenciando em Química.

Orientadora: Prof^ª Dra. Fernanda Faria Martins

Coorientadora: Prof^ª Dra. Carla Napoli Barbato

IFRJ – CAMPUS DUQUE DE CAXIAS
1º SEMESTRE/2020

CIP - Catalogação na Publicação

P644e Pimental, Matheus Schuengue
Estudos de caso na área de ensino de metrologia básica aplicado
ao ensino médio técnico em química / Matheus Schuengue Pimental
- Duque de Caxias, RJ, 2020.
62 f. : il. ; 30 cm.

Orientação: Fernanda Faria Martins.

Co-orientação: Carla Napoli Barbato.

Trabalho de conclusão de curso (graduação), Licenciatura em
Química, Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio
de Janeiro, Campus Duque de Caxias, 2020.

1. Química - Estudo e ensino. 2. Química analítica. 3.
Metrologia. I. Martins, Fernanda Faria , **orient.** II. Barbato, Carla
Napoli , **co-orient.** III. Instituto Federal de Educação, Ciência e
Tecnologia do Rio de Janeiro. IV. Título

Elaborado pelo Módulo Ficha Catalográfica do Sistema Intranet do
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio de Janeiro
- Campus Volta Redonda e Modificado pelo Campus Nilópolis/LAC,
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

Bibliotecária: Cassia R. N. dos Santos CRB-7/4903

MATHEUS SCHUENGUE PIMENTEL

ESTUDOS DE CASO NA ÁREA DE METROLOGIA BÁSICA
APLICADO AO ENSINO MÉDIO TÉCNICO EM QUÍMICA

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao Instituto Federal do Rio de Janeiro, como requisito parcial para obtenção do grau de Licenciando em Química.

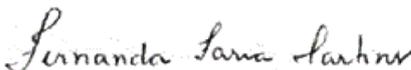
Orientadoras:

Prof. Dra. Fernanda Faria Martins

Prof. Dra. Carla Napoli Barbato

Aprovado em 19 / 02 / 2021

Banca Examinadora



Prof. Dra. Fernanda Faria Martins – (Orientadora)
Instituto Federal do Rio de Janeiro (IFRJ)



Prof. Dra. Carla Napoli Barbato – (Coorientadora)
Instituto Federal do Rio de Janeiro (IFRJ)



Prof. MSc. Ana Lúcia Rodrigues Gama Russo – (Membro Interno)
Instituto Federal do Rio de Janeiro (IFRJ)



Prof. Dra. Viviane Gomes Teixeira – (Membro Externo)
Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ)

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente aos meus pais, dona Márcia e senhor Luís Fernando por fazer o possível e impossível para que eu pudesse chegar a este momento, por sempre terem me incentivado e exigido que eu não saísse do foco. Agradeço a minha irmã Nathalia que sempre serviu de inspiração acadêmica para mim, por todo seu jeito alegre e seu foco total com os estudos, também a minha namorada Camille pela paciência e carinho em me ajudar em cada etapa deste processo.

Agradeço ao Instituto Federal do Rio de Janeiro por toda sua estrutura que me possibilitou finalizar esta etapa, aos docentes que impactaram profundamente na minha visão acadêmica e crescimento pessoal, em especial às professoras Fernanda Martins e Carla Napoli por todo o apoio, carinho e disposição em cada etapa dessa pesquisa.

Agradeço também a Fundação Oswaldo Cruz (FIOCRUZ) por ter me aberto portas para um estágio que possibilitou uma visão maior com a química laboratorial e serviu de ideia inicial para elaboração desse projeto e também a todos os colegas de trabalho por lá.

Por fim, agradeço também a todos os colegas de graduação que conviveram comigo ao longo desses anos em todas as matérias disciplinares.

RESUMO

Atualmente, segundo Baker (2016), há uma “crise de reprodutibilidade” nos resultados científicos. Embora afirme que a Química é uma das áreas mais confiáveis, ainda há uma parcela de publicações que apresentam baixa análise estatística em seus resultados finais. Foca-se na Química Analítica, uma ciência que tem como finalidade identificar e quantificar um ou mais analitos presentes em amostras, utilizada em diversas pesquisas experimentais. Com isso, torna-se trivial garantir a integridade destes resultados obtidos através da aplicação dos conceitos de Metrologia Química e das Boas Práticas de Laboratório (BPL). Para tornar possível desenvolver essa noção nos futuros profissionais da Química, utilizou-se da ferramenta de estudos de caso para contemplar o desenvolvimento do olhar crítico, capacidade de decisão e aplicação dos conceitos específicos em um determinado problema. Sendo assim, o presente trabalho teve como foco auxiliar os discentes no processo de construção do conhecimento quanto aos conceitos de Metrologia Básica e BPL na disciplina de Química Analítica. O trabalho foi desenvolvido com os alunos do 6º período do curso técnico em Química do Instituto Federal do Rio de Janeiro, *campus* Duque de Caxias. Neste contexto, os alunos foram submetidos a aplicação de questionário prévio, aula expositiva e estudos de caso. Na primeira etapa, aplicou-se um questionário contendo três perguntas objetivas abordando os seguintes tópicos: conceitos de exatidão e precisão, importância de se expressar os resultados estatísticos e a definição de resultado experimental confiável. A segunda etapa foi uma aula expositiva sobre os conceitos de estatística e questões de Boas Práticas de Laboratório relacionadas a confiança dos resultados. Como última etapa foram distribuídos três estudos de caso abordando a técnica de análise titulométrica. As abordagens foram sobre as práticas de: quantificação de cloreto de sódio, peróxido de hidrogênio e cálcio. No estudo de caso foram apresentados aos discentes o procedimento experimental, a descrição das ações do operador, os dados experimentais e três questões objetivas. O resultado do questionário prévio indicou que 70,8% dos discentes possuem conhecimento quanto aos conceitos estatísticos, 100% entendem o motivo de se calcular os parâmetros estatísticos e 95,8% souberam definir um resultado experimental confiável. Os três estudos de caso tratavam-se de ensaios não confiáveis. Mesmo que discutido na aula expositiva e obtido bons resultados no questionário prévio, houve uma parcela de discentes

que julgaram os estudos de caso, erroneamente, como confiáveis. Todavia, para dar base ao julgamento e eliminar possíveis respostas baseadas na aleatoriedade, uma das questões dos estudos de caso buscou realizar afirmações de pontos chaves sobre conceitos abordados relacionando-os aos estudos com a intenção de justificar a não confiabilidade dos mesmos. Os resultados comparados mostraram que, no estudo de caso 1, 96% dos discentes que julgaram corretamente, apenas 39,1% souberam justificar sua resposta. Nos estudos de caso 2 e 3, dos 75% dos discentes, apenas 55,6% e 61,1%, respectivamente, apresentaram sucesso na justificativa. Diante dos resultados, foi possível analisar que dos 8 discentes que não obtiveram êxito total no questionário, 5 deles julgaram e justificaram corretamente o primeiro estudo de caso, 3 deles o segundo estudo de caso e 2 deles o terceiro estudo de caso sendo um indicativo de que a aula expositiva teve efeito sobre a construção do conhecimento desses discentes.

Palavras Chave: Ensino de Química. Química Analítica. Metrologia Básica. Estudos de Caso.

ABSTRACT

According to Baker (2016), currently exist crisis of reproducibility in scientific results. Although he claims that chemistry is the most trust subject, still exist some publications with low statistic analysis on his final results. At that moment, we focus on Analytical Chemistry, a subject who has with main objective identify and quantify one or more substances presents on samples, used in experimental researches. Thereby, it becomes trivial to guarantee the integrity of these results obtained through the applications of the concepts of Chemical Metrology and Good Laboratory Practices (GLP). In order to make it possible to develop this notion in future Chemistry professionals, we used the Problem Based Learn (PBL) tool to contemplate the development of critical eye, decision-making capacity and application of specific concepts in a given problem. Thus, the present work was focused on assisting students in the process of building knowledge about the concepts of Basic Metrology and GLP in the discipline of Analytical Chemistry. The work was developed with students from the 6th period of the technical course in Chemistry at IFRJ/CDuC. In this context, students were submitted to a previous questionnaire, expository class and case studies. In the first stage, a questionnaire was applied containing three objective questions addressing the following topics: concepts of accuracy and precision, the importance of expressing statistical results and the definition of a reliable experimental result. The second stage was an expository class on the concepts of Statistics and GLP issues related to the confidence of the results. As a last step, three case studies addressing the technique of titrimetric analyses were distributed. The approaches were about the practices of: quantification of sodium chloride, hydrogen peroxide and calcium. In the case study, the experimental procedure, the description of the operator's actions, the experimental data and three objectives' questions were presented to the students. The result of the previous questionnaire indicated that 70.8% of the students have knowledge about statistical concepts, 100% understand the reason for calculating the statistical parameters and 95.8% knew how to define a reliable experimental. The three case studies were unreliable trials. Even though discussed in the expository class and obtained good results in the previous questionnaire, there was a portion of students who wrongly judged the case studies as reliable. However, in order to base the judgment and eliminate possible responses based on randomness, one of the

questions in the case studies sought to make statements of key points about concepts addressed, relating them to the studies with the intention of justifying their unreliability. The compared results showed that, in case study 1, 96% of students who judged correctly, only 39,1% knew how to justify their answer. In case studies 2 and 3 of the 75% of the students, only 55.6% and 61.1%, respectively, were successful in their justification. In view of the results, it was possible to analyze that of the 8 students who were not completely successful in the questionnaire, 5 of them correctly judged and justified the first case study, 3 of them the second case study and 2 of them the third case study, being an indication of that the lecture had an effect on the construction of the knowledge of these students.

Keywords: Chemistry teaching. Analytical Chemistry. Basic Metrology. Problem Based Learning.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1	Representação gráfica das respostas dos discentes obtidas nos estudos de casos (Apêndice D) relacionadas aos valores de média, desvio padrão, coeficiente de variação e erro percentual sendo verde para respostas corretas, vermelho para equivocadas e amarelo para os que não souberam responder.34
Figura 2	Representação gráfica das respostas dos discentes na questão B sobre os estudos de caso apresentados (Apêndice D) sendo definido cor vermelha para respostas de não confiável e verde para confiáveis.35
Figura 3	Representação gráfica da relação entre o total de discentes que obtiveram êxito no questionário prévio com o resultado das respostas dos três estudos de caso sendo vermelho os discentes que não acertaram e verde os que acertaram.42
Figura 4	Representação gráfica da relação entre o total de alunos que não obtiveram êxito no questionário prévio com as respostas dos três estudos de caso sendo vermelha para os que não obtiveram êxito e verde para os que obtiveram.43

LISTA DE TABELA

Tabela 1 – Resultados do questionário prévio.	33
Tabela 2 – Resultados das seis afirmações no estudo de caso 1.	36
Tabela 3 – Resultados das seis afirmações no estudo de caso 2.	38
Tabela 4 – Resultados das seis afirmações no estudo de caso 3.	40

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

Boas Práticas de Laboratórios – BPL

Equipamento de Prevenção Individual – EPI

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio de Janeiro, campus
Duque de Caxias – IFRJ/CDuC

Material de Referência – MR

Procedimento Operacional Padrão – POP

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	13
1.2	JUSTIFICATIVA	14
1.3	PROBLEMA	14
1.4	HIPÓTESE	14
2	OBJETIVOS	16
2.1	OBJETIVO GERAL	16
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	16
3	REFERENCIAL TEÓRICO	17
3.1	QUÍMICA ANALÍTICA	17
3.2	METROLOGIA QUÍMICA	20
3.3	USO DE ESTUDOS DE CASO NO ENSINO DE QUÍMICA	25
4	METODOLOGIA	28
4.1	QUESTIONÁRIO PRÉVIO	28
4.2	AULA EXPOSITIVA	29
4.3	ESTUDOS DE CASO	30
4.3.1	<i>Estudo de caso 1</i>	30
4.3.2	<i>Estudo de caso 2</i>	31
4.3.3	<i>Estudo de caso 3</i>	32
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	33
6	CONCLUSÃO	44
	REFERÊNCIAS	45
	APÊNDICES	47

1 INTRODUÇÃO

Atualmente há uma “crise de reprodutibilidade” em resultados científicos em diversas áreas (Baker, 2016). Embora, Baker (2016) explicita em seu trabalho que a área da Química é uma das mais confiáveis em termos de reprodutibilidade e confiabilidade, ainda há uma boa parcela de periódicos que não apresentam dados reprodutíveis, colocando a confiabilidade dos resultados em dúvida diante da análise estatística superficial que vem sendo apresentada.

Com a presença de inúmeros resultados e pesquisas sendo realizadas em diversas partes do mundo, observou-se a necessidade de praticar os conceitos de Metrologia Química, uma vez que, é muito importante gerar confiabilidade dos resultados publicados. Desta forma, é primordial regularizar a forma de medir, referenciar-se em valores padronizados mundialmente e tratar estatisticamente os desvios e as variações expostas nos resultados finais de uma pesquisa ou controle de qualidade (BRANDI; SOUZA, 2010).

Para aumentar a confiabilidade dos resultados obtidos nos procedimentos experimentais que possam futuramente ser reproduzidos por terceiros, é muito importante aplicar os conceitos de Metrologia Química, como também o uso das diretrizes de Boas Práticas Laboratoriais (BPL) que representam um conjunto de normas utilizadas para minimizar a frequência de erros experimentais e resguardar a vida do operador em pleno exercício de sua função (ALVES; MORAIS, 2002).

Os procedimentos experimentais utilizados nas aulas de Química Analítica Experimental têm como finalidade de identificar e quantificar um ou mais analitos em uma amostra. Entretanto, esses procedimentos são manuais e dependentes da visualização/observação do operador (SKOOG, 2013). Dessa forma, para que os resultados gerados sejam confiáveis e reprodutíveis é importante utilizar os conceitos de Metrologia Química e de BPL.

Dentro desse contexto, o presente trabalho tem a finalidade de desenvolver os conceitos de Metrologia Química, como também, as diretrizes de Boas Práticas de Laboratório junto aos discentes do curso técnico em Química do sexto período do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio de Janeiro *campus* Duque de Caxias (IFRJ/CDuC). Com o propósito de trabalhar esses conceitos estatísticos, fez-se uso da ferramenta Estudo de Caso, no qual foram aplicados aos

discentes. Segundo Sá e Queiroz (2007), o uso da ferramenta Estudo de Caso impacta no desenvolvimento do assunto específico, do olhar crítico do discente acerca do assunto explicitado e suas diversas complicações, da escrita de um relatório de soluções, da colaboração em equipe e principalmente do pensamento decisivo.

1.1 JUSTIFICATIVA

De acordo com o Baker (2016), 52% dos pesquisadores selecionados e entrevistados para seu estudo relatam que existe uma significativa crise de reprodutibilidade nas publicações científicas disponíveis na atualidade. Um dos fatores discutidos ao longo de sua pesquisa, é o baixo tratamento estatístico e crítico dos resultados, gerando valores com baixa taxa de reprodutibilidade, mesmo trabalhando em condições bem similares. Dessa forma, observou-se a necessidade da inserção de conceitos básicos de metrologia nas aulas de Química Analítica. Sendo assim, no momento em que o discente entra em contato com situações-problema que envolvem identificação e quantificação de substâncias químicas com o objetivo de expressar, seja através de um resultado numérico e/ou comparações, faz-se necessário estar presente, além da análise crítica dos resultados, os cálculos estatísticos.

1.2 PROBLEMA

É possível desenvolver o olhar crítico baseado nos cálculos estatísticos durante a formação de um profissional de nível técnico, que poderá atuar tanto em pesquisa acadêmica, quanto, por exemplo, na área de controle de qualidade de uma empresa privada, em relação a confiabilidade dos resultados obtidos durante o cumprimento de sua função?

1.3 HIPÓTESE

De acordo com os relatos da orientadora, quanto a falta de justificativa sobre os resultados estatísticos apresentados nos relatórios de aula dos alunos, e ainda atrelada as referências estudadas, percebe-se que deva haver uma falha por parte

dos discentes na aplicação dos conceitos de estatística básica diante de resultados experimentais. Com isso, pensa-se em aplicar um projeto que auxilie na aprendizagem dos discentes e contemple o uso destes conceitos mediante a situação problemas.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Auxiliar no processo de construção do conhecimento diante dos conteúdos de confiabilidade estatística e BPL aos discentes da disciplina de Química Analítica do ensino médio Técnico em Química.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Discutir os conceitos estatísticos de exatidão e precisão, através de aula expositiva, com discentes da disciplina de Química Analítica do nível médio-técnico;
- Discutir fatores experimentais que afetam diretamente os dados de precisão e exatidão em um ensaio de forma expositiva em sala de aula;
- Desenvolver diferentes estudos de caso relacionando os conteúdos da disciplina de Química Analítica e os conceitos estatísticos;
- Aplicar os estudos de casos a fim de avaliar a compreensão estatística dos discentes.

3 REFERENCIAL TEÓRICO

3.1 QUÍMICA ANALÍTICA

Os cursos de Química em um âmbito geral, surgiram a partir de 1910 com a criação do curso de Química Industrial da Mackenzie e, seguidamente com a criação da Escola Superior de Química da Escola Oswaldo Cruz em 1915. No entanto, a ciência no campo da Química, no Brasil, não tinha grande repercussão até aquele momento. Foi apenas em 1918 que após a publicação de um artigo chamado “Façamos Químicos” da autoria de José de Freitas Machado desencadeou o surgimento de diversos outros centros de formação na área da Química em todo país, como por exemplo, a pioneira Escola de Química da Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), que inicialmente se intitulava “Escola Nacional de Química”. Este crescimento continuou ao longo das décadas, com a criação em 1977 da Sociedade Brasileira de Química (SBQ) (ALMEIDA; PINTO, 2011). A Química Analítica em sua forma disciplinar atual foi enraizada pelo alemão Heinrich Rheinboldt (1891 – 1955) que em meados de 1935, fugindo do regime nazista, saiu da Europa em direção ao Brasil. Ingressando na Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras, teve como objetivo organizar as disciplinas de Química com base no molde alemão de ensino. Este método acadêmico priorizava as aulas de laboratório e análise de dados experimentais com o intuito de trabalhar a vivência e familiarização dos discentes com os fenômenos químicos, premissa que ele acreditava ser a base do ensino de Química (ABREU et al, 2006).

Geralmente vista como apenas uma disciplina obrigatória em diversos cursos relacionados à ciência, a Química Analítica também pode ser encontrada além da sala de aula. Ela se relaciona com quase tudo que está ao redor em nossas vidas, seja em um simples café feito pela manhã até um diagnóstico médico. Os métodos e resultados obtidos através da Química Analítica nos permite dizer se o alimento está próprio para consumo, se um determinado material em um objeto diário está dentro dos padrões legais ou se representa algum risco. Ademais, oferece a possibilidade de entender e estudar diversas atividades de carácter biológico, químico e físico, sejam eles naturais ou de fontes antrópicas, e também em diversos outros casos e

aplicabilidades rotineiras na indústria, medicina, aviação, agricultura e outras áreas (SKOOG, 2013).

Diante dos conceitos da Química Analítica, é possível se deparar com a divisão desta ciência em duas vertentes, a parte Qualitativa e a Quantitativa. Segundo Harris (2008), a parte Qualitativa se concentra na pesquisa e elaboração de métodos para identificação e caracterização da natureza de uma ou mais substâncias presentes em uma amostra desconhecida. Já, a perspectiva Quantitativa tem como principal objetivo mensurar a quantidade de um determinado analito presente na amostra de interesse. Aprofundando na divisão Quantitativa, percebe-se que a mesma está segmentada em duas disciplinas que se complementam: a Química Analítica Clássica e a Química Analítica Instrumental. A diferença entre estas duas áreas, superficialmente, é que uma está ligada a métodos manuais e dependentes da observação do operador (Química Analítica Clássica) e a outra direcionada ao uso da tecnologia, sendo automatizada e dependente de instrumentação eletrônica (Química Analítica Instrumental).

Estudar Química Analítica é ter em mente a definição de “processo analítico” que está dividido em sete etapas. A primeira etapa relaciona-se à formulação de questões no sentido de instigar uma investigação minuciosa quanto aos problemas encontrados em diversas situações diárias, como por exemplo: “será que um determinado fármaco contém a concentração ideal de princípio ativo?”, “será que determinada quantidade de água presente em armazenamento está dentro dos parâmetros estipulados?” ou “se um lote de bebida respeita as condições necessárias previstas na lei vigente?”.

Seguidamente da seleção dos métodos a serem utilizados a fim de alcançar o objetivo proposto, da definição de como procederá a amostragem focando na representatividade total do que está sendo analisado, do preparo da amostra visando a eliminação de substâncias ou características que possam interferir nos resultados finais, do procedimento do método analítico previamente selecionado, da interpretação crítica e estatística dos resultados obtidos e, finalmente, da conclusão do processo (HARRIS, 2008).

Seguindo adiante, pode-se perceber que a Química Analítica estará presente em situações cotidianas rotineiras de pouca importância e até de extrema

peculiaridade, o que é o caso de uma enfermidade. Nesta situação, entende-se a importância da medição analítica através da famosa frase dita por Paracelso (1527): “A diferença entre um remédio e um veneno está na dose”. Ou seja, uma medida errônea pode levar a uma “falsa” concentração e acabar por piorar a vida de um paciente clínico.

Dessa forma, é exposta a necessidade de se utilizar na construção dos conceitos analíticos, através das aulas, as vidrarias de precisão, os equipamentos calibrados e reagentes dentro dos padrões, uma vez que, a disciplina se preocupa em não somente identificar fenômenos ou substâncias, assim como as demais áreas da Química, mas também quantificá-las para fins de comparação com os diversos comportamentos expostos pela mesma durante seu uso (SKOOG, 2013).

Com isso, entra-se na questão do uso correto das vidrarias durante as diversas etapas de um processo, visto que, cada tipo de vidraria contém uma função (transferir ou conter líquido) e se distinguem em precisão (sendo algumas mais precisas na medição do que outras). Como exemplo destas diferenças, considerando as vidrarias de transferência, pode-se fazer a comparação entre a proveta e a pipeta, onde, respectivamente, uma possui medidas aproximadas de volume e a outra é utilizada para transferência de volumes precisos. No caso de vidrarias para conter líquidos, tem-se, como exemplo, os béqueres.

Um tipo de vidraria que tem medidas de volume aproximadas e sem qualquer precisão, são cruciais para conter e possibilitar o manuseio das substâncias foco antes de sua transferência precisa ou aproximada. Outras vidrarias de grande importância para a Química Analítica Quantitativa são os balões volumétricos e as buretas. Os balões são utilizados para o preparo preciso das soluções pretendidas, já a bureta, uma vidraria em forma de tubo cilíndrico uniforme, calibrado em toda a sua extensão e contendo um controle de vazão voltado para a função de escoar líquidos, sendo comumente utilizada nas titulações. Sendo assim, entende-se que o uso correto e a atenção a precisão marcada na vidraria são de total importância para um ensaio químico, pois, contribui para minimizar erros durante as medições do processo e resultado no surgimento de valores finais que variam pouco entre si, repetitivos e confiáveis (BACCAN, 1979).

Com o advento da formação técnica, todos os conceitos descritos anteriormente são alvo para essa forma de ensino. Uma formação que visa contemplar futuros profissionais capazes de realizar ensaios nas diversas áreas pertencentes a Química. Para o Ambiente do curso técnico do IFRJ/CDuC, a Química Analítica se enquadra nos últimos períodos do curso técnico, sendo introduzida logo após as matérias de Química Geral, Inorgânica, Orgânica e simultaneamente a Físico Química. No entanto, a disciplina base de estatística se encontra no início do curso sendo possível observar que os discentes ficam um logo período sem aplicar os conceitos de média, desvio padrão, coeficiente de variação e erro até que 4 períodos depois os mesmos retornam a estes conceitos voltados para Química Analítica (IFRJ, 2012).

3.2 METROLOGIA QUÍMICA

Segundo Brandi e Souza (2010), ter resultados e medidas confiáveis são a base essencial para a garantia de todos os requerimentos necessários no desenvolvimento de métodos, sejam eles desenvolvidos em laboratórios acadêmicos ou empresariais. A metrologia é entendida como a regularização da forma de “medir” um agrupamento de métodos e protocolos. A formação de grupos tem como finalidade a criação de confiabilidade e avaliação das incertezas resultantes dessa medição, além disso, visa garantir a rastreabilidade referente a um sistema internacional.

A regularização do modelo de medição, segundo os autores anteriormente citados (BRANDI; SOUZA, 2010), é existente desde a Mesopotâmia, uma vez que, na concepção dos antigos, também se caracterizava na tentativa de formalizar as medições, principalmente com ênfase ao comércio de bens, materiais, alimentos e outros. Os egípcios, por exemplo, criaram um molde de aferição chamado de “Cúbico” sendo caracterizado pela distância entre o maior dedo da mão até o cotovelo o que, no sistema atual, tem um valor de aproximadamente 45 centímetros. Outras civilizações como os árabes, europeus e orientais, também embarcaram no mesmo pensamento e objetivo, ocasionando o surgimento de diversas outras formas de padrões métricos. No entanto, com o passar dos anos houve o surgimento do

método francês chamado de *Système International d'Unités* (na língua francesa) e conhecido como Sistema Internacional de Unidades (SI) que passou, na atualidade, a guiar as referências métricas mundialmente.

No Brasil, a preocupação com a área da Metrologia Química é recente. Somente em 2000, foi criada a divisão de Metrologia Química do Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia (INMETRO). A divisão de Metrologia foi criada com o intuito de gerar um avanço nesta nova área e alcançar uma confiança internacionalmente conhecida nas análises desenvolvidas no país. Essa ação resultou no surgimento de normas como a ANBT NBR ISO/IEC 17025:2005, norma essa que visa a garantia da qualidade dos resultados e as diretrizes nacionais de Boas Práticas de Laboratório (BPL) com grande foco na confiabilidade dos resultados. Sendo assim, este órgão é o topo da cadeia brasileira envolvendo a ciência da Metrologia Química, responsável pelo desenvolvimento e pesquisa de materiais de referência (MR's) e certificados de acreditação para medições a serem realizadas nos diversos laboratórios, sendo eles de âmbito público e privado, em todo o território brasileiro (CATARINO, 2006).

Desenvolver técnicas sobre a vertente da Metrologia Química consiste em entender dois conceitos, a Confiabilidade e a Rastreabilidade. Mesmo que interligados entre si, pode-se entender cada um deles separadamente. Primeiramente, a Confiabilidade consiste na exatidão, ou seja, o quão próximo as medições realizadas se aproximaram do valor “predito” como verdadeiro. Já, a precisão, expressa a intensidade com que se consegue repetir, com pouca variação, os valores obtidos durante a medição confrontados ao valor “dito” verdadeiro. No caso da Rastreabilidade, este termo traduz-se na declaração da cadeia de valores de referência utilizados para uma determinada medição, durante o processo analítico, a fim de expor o grau de incerteza relacionado a este resultado final obtido (FILHO *et al*, 2012).

A exatidão está diretamente ligada a diferença em que os valores experimentais expressam em relação a um MR. Este conceito é chamado de erro experimental e pode ser dividido em duas categorias, o erro sistemático e aleatório. O sistemático é dito como um erro reprodutível capaz de ser reconhecido e corrigido, pode ocorrer como resultado de uma forma de pipetar equivocada, uma vidraria não

calibrada ou falha de algum equipamento. Por outro lado, o erro aleatório sempre estará presente e só poderá ser minimizado através de boas práticas laboratoriais durante as análises, ele é o resultado direto de variações que independente do controle do operador, ele não pode ser determinado ou contornado, como por exemplo, o ruído elétrico que ocorre em aparelhos analíticos instrumentais (HARRIS, 2008).

A diferença de valores entre o resultado obtido e o material de referência anteriormente citadas, deve ser expressa na apresentação dos resultados finais. Esta expressão é descrita utilizando as fórmulas matemáticas para obter o erro absoluto (E) e o erro relativo (E_r). O erro absoluto (E) é descrito como a diferença entre a média dos resultados finais obtidos (x) e o valor “dito” verdadeiro (x_v) conservando o sinal do resultado obtido através da diferença (Equação 1).

$$E = x - x_v$$

(Equação 1)

Já o erro relativo (E_r) é expresso em geral por porcentagem. Sua fórmula matemática se dá através do erro absoluto (E) dividido pelo valor “dito” verdadeiro (x_v) e multiplicado por 100 (Equação 2).

$$E_r = \frac{E}{x_v} \times 100$$

(Equação 2)

Sendo assim ao trabalhar o conceito da precisão, o mesmo pode ser medido através de cálculos matemáticos que expressam a amplitude de variação com que a série de resultados obtidos variam entre si em uma certa amostragem (n). Para essa análise, utilizamos o cálculo sobre a perspectiva estatística referenciando o desvio padrão (S). Segundo Martins (2010) desvio padrão é matematicamente a raiz quadrada da variância (S^2) e seu valor irá expressar o quanto a média (x) desta série de resultados varia para mais e para menos (Equação 3).

$$S^2 = \frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{n-1}$$

(Equação 3)

Onde:

X_i – medida experimental

n - número de experimentos

O desvio padrão (S) pode ser calculado utilizando a Equação 4.

$$S = \sqrt{s^2}$$

(Equação 4)

A preferência por se usar o desvio padrão, e não a variância para a análise crítica dos resultados experimentais, é uma consequência direta do mesmo ser expresso na unidade de medida equivalente a série de resultados obtidos. Por exemplo, se houve diversas medições, na unidade litros, de um certo volume de água em um reservatório, o valor do desvio padrão calculado terá como unidade final litros, gerando uma comparação direta entre a média das medições encontradas e sua amplitude (seu desvio) (MARTINS, 2010).

No entanto, o desvio padrão não é a única ferramenta utilizada para expressar a amplitude dos resultados, há também o coeficiente de variação (CV) (Equação 5). É possível notar que o conceito de coeficiente de variação é uma consequência direta do cálculo do desvio padrão (S), entretanto seu resultado não é expresso na unidade referente ao valor mensurado, e sim, na porcentagem (%) com que os valores se distribuíram. Dessa forma, facilita-se o surgimento de métricas resultantes do cálculo do coeficiente de variação. Caso o valor encontrado seja menor que 15%, isso significa que os resultados apresentam pouca variação. Os resultados são ditos como homogêneos quando o valor do coeficiente de correlação está entre 15% a 29%, o que significa que há uma dispersão significativa nos resultados e de 30% em diante, tem-se uma heterogeneidade nos resultados e um indicativo da ausência de precisão entre os valores experimentais (MARTINS, 2010).

$$CV = \frac{S}{\bar{x}} \times 100$$

(Equação 5)

Para dissertar sobre metrologia química e confiabilidade em resultados químicos é necessário explorar a principal publicação de referência mundial em boas práticas de laboratório, o “OECD -*Principles of Good Laboratory Practice*”. Esta publicação surgiu primeiramente em 1978 por um grupo de estudiosos gerenciado pelo Programa Especial de Controle de Químicos (SPCC, na língua inglesa). A base para a estruturação dessa obra partiu dos estudos publicados pelas agências alimentícia e farmacêutica Americana em meados de 1976 nos quesitos de manuseamento e pesquisas envolvendo agentes químicos. Apesar dos países desenvolvidos da época já estarem iniciando as regulamentações nos moldes das boas práticas de laboratório visando a confiabilidade e qualidade dos resultados, foi somente em 1981 que estes princípios foram formalmente recomendados para o uso em todos os países membros da OECD (*Organization for Economic Co-operation and Development*) (OECD, 1998).

Referenciar-se nas diretrizes de boas práticas de laboratório é primordial para o desenvolvimento deste trabalho. Segundo descrito por Dias et al. (2016, p. 2), uma vez que, a sala de aula da Química Analítica (laboratório) é estruturada e elaborada de acordo com o previsto nas diretrizes estabelecidas pela norma, quanto a segurança, análise dos riscos presentes e o modo de uso correto das vidrarias, há como consequência direta o surgimento de resultados químicos confiáveis, premissa essa que também é defendida por Alves e Morais (2002) em sua obra. Ademais, Filho et al. (2011) explicita que, para haver confiabilidade nos resultados obtidos, os experimentos realizados devem seguir uma série de requisitos como: estarem descritos detalhadamente em Procedimentos Operacionais Padrões (POP's), ser realizado por pessoal previamente capacitado e autorizado e com o uso de equipamentos devidamente instalados, calibrados e mantidos em condições ambientais adequadas, segundo estipulado por seus fabricantes, para sua operação.

Dissertando sobre estes requisitos necessários para confiabilidade dos resultados, Molinaro (2009, p. 39) explicita que o POP é uma forma de padronização e planejamento prévio das atividades a serem executadas com o objetivo de suprimir ao máximo os desvios, independente de quem realize o ensaio, garantindo a

confiabilidade e reprodução precisa dos resultados. Outro ponto importante é a manutenção e calibração correta dos equipamentos. Segundo o INMETRO (2000), a calibração consiste na associação direta entre os valores de sinal obtidos por um equipamento através da leitura de uma série de valores diferentes de um certo material de referência. O mesmo órgão recomenda que deve existir um plano de manutenção preventiva e calibração regular dos instrumentos, de acordo com a frequência de sua utilização, com o intuito de minimizar erros experimentais e garantir a longevidade e desempenho dos mesmos.

Uma fonte de erro causada pela inadequada prática do operador está na ausência de organização. A desordem no ambiente laboratorial e o excesso de material sobre as bancadas de trabalho causam uma alta probabilidade de gerar erros experimentais por interferências de agentes externos ao experimento, perda de tempo (o que, em algumas análises, o tempo curto é crucial) e possíveis ocorrências de acidentes, uma vez que, durante a realização de um experimento é possível que haja uma falta de material ou espaço, resultando em uma ação imediata e inconsequente do operador podendo causar um acidente, como por exemplo, um derramamento de substância corrosiva sobre o mesmo, ou um erro experimental, através da contaminação da amostra ou do material de referência utilizado (MOLINARO, 2009).

3.3 ESTUDO DE CASO E O ENSINO DE QUÍMICA

Segundo Paulo Freire (2005) em sua obra “Pedagogia do Oprimido”, é necessário um trabalho docente com o foco na formação de egressos com uma postura crítica frente a realidade global e, no caminho para que este objetivo seja alcançado, faz-se necessário o uso de atividades de cunho investigativos e experimentais que estimulem a reflexão e a criatividade durante a formação.

De acordo com Sá, Francisco e Queiroz (2007), o uso de estudos de caso no ensino e aprendizagem surgiu há aproximadamente 30 anos na Escola de Medicina da Universidade de McMaster, no estado de Ontário no Canadá. Conhecido como método de aprendizagem baseada em problemas (“ABP” na língua portuguesa e “PBL” na inglesa, oriunda do termo “*Problem Based Learning*”), basicamente tem como principal objetivo expor os discentes a situações problemas, previamente

elaboradas e baseadas em fatos reais ou fictícios, no qual os mesmos deveriam usar-se dos conhecimentos e recursos obtidos ao longo do curso ou de uma disciplina com o objetivo de encontrar possíveis soluções lógicas para a questão proposta. Diante do sucesso exposto por essa ferramenta, a mesma espalhou-se para diversas outras universidades, inicialmente em cursos de medicina apenas, no entanto, mais adiante para outros cursos de graduação e pós-graduação e também, em um âmbito recente, atingiu até mesmo unidades disciplinares no ensino médio.

De acordo com Lopes *et al.* (2011), ao se utilizar os estudos de caso como ferramenta de ensino, é perceptível um imenso impacto na formação profissional do estudante, uma vez que, rompe com o senso comum de distância entre a realidade profissional e a teoria exposta em sala de aula. Isso resulta, principalmente, no surgimento de profissionais capazes de refletir a importância e os motivos de cada etapa de um processo e a expressar um senso crítico quanto aos resultados finais obtidos, com vistas para a qualidade e garantia dos frutos de seu trabalho.

Diversos autores registram que o estudo de caso contempla o amadurecimento educacional de diversas partes pedagógicas do discente. Primeiramente, o desenvolvimento do olhar crítico, uma vez que, o mesmo deverá minuciosamente interpretar e criticar cada quesito explicitado ao longo do estudo de caso que lhe foi dado. Outro ponto é a comunicação e a escrita, pois o lecionando deverá apresentar argumentos lógicos e claros no decorrer das discussões, perante os professores e colegas, e também através de um ou mais documentos conclusivos redigidos. É estimulada também a capacidade de tomada de decisões perante a um problema, uma vez que, o mesmo deverá pensar e medir as diversas possibilidades e implicações, negativas ou positivas, de determinada solução para o caso proposto, levando em consideração aspectos além dos conteúdos exclusivos. Entretanto, o principal foco é o aprendizado e aplicação dos conceitos específicos, uma vez que, os discentes deverão se debruçar diante da parte específica da disciplina ou curso para construir a estrutura de suas soluções e argumentações lógicas a respeito da questão proposta (PAZINATO; BRAIBANTE, 2014).

Ainda na questão dos diversos desenvolvimentos contemplados na formação dos discentes a cerca dessa ferramenta, os autores Sá e Queiroz (2007), explicitaram em sua obra observações positivas no desenvolvimento dos discentes

em suas apresentações argumentativas finais, quando se utilizou o estudo de caso como ferramenta de aprendizado, sendo estes argumentos bem fundamentados e baseados em fontes confiáveis e precisas. Os autores não só observaram o desenvolvimento no quesito da argumentação, mas também nas outras competências anteriormente citadas, tais como o domínio do assunto específico, a escrita, a colaboração em equipe, o senso crítico e o pensamento decisivo.

Como anteriormente dissertado sobre a influência do estudo de caso no desenvolvimento do discente, neste momento deve-se olhar para a outra posição e compreender as competências do professor diante do uso desta ferramenta. O docente deve minuciosamente descrever os principais objetivos do estudo e elaborar o contexto narrativo e o caminho que os discentes deverão percorrer para chegar a uma pequena parcela de soluções bem relacionadas ao foco previamente definido. Outro quesito essencial é o domínio do assunto escolhido, pois o docente deverá, não só elaborar ou analisar (caso tenha sido redigido por um terceiro) o material do estudo de caso como também auxiliar seus discentes durante a análise dos mesmos, incentivando a discussão diante das possíveis soluções, suas implicações e a confiança das fontes de referências utilizadas ao longo da pesquisa. (SILVA; OLIVEIRA; QUEIROZ, 2011)

Para que o uso de um estudo de caso seja eficaz, é necessário que o mesmo se enquadre, segundo a literatura, em um “bom caso”. Com a finalidade de elaborar um estudo de caso que seja enquadrado a este nível, faz-se necessário que a questão em foco desperte o interesse dos educandos, contenha uma questão com a finalidade de ser resolvida, deva haver suspense e drama no decorrer das descrições de seus fatos, tratar-se de questões em foco atual e pertinentes a formação dos discentes, ser capaz de forçar uma análise crítica das possíveis decisões a serem consideradas como solução por parte de quem realiza o estudo e que não sejam longos e com diversas variáveis para serem analisadas (HERREID, 1998 apud SÁ; FRANCISCO; QUEIROZ, 2007).

4 METODOLOGIA

Como alvo do presente trabalho, foi escolhida a disciplina de Química Analítica Quantitativa II do curso técnico em Química do IFRJ/CDuC. Esta turma foi escolhida por razões de o ementário disciplinar de Química Analítica, nesse período, ser menos robusto em conteúdo, o que possibilita que o docente responsável forneça tempo de aula e apoio necessário para realização da atividade proposta. Ainda, uma segunda razão é que os discentes já tiveram, anteriormente, contato com os conceitos, métodos e experimentos analíticos que foram abordados ao longo deste trabalho.

O projeto foi dividido em três etapas. Inicialmente, foi aplicado o questionário prévio a todos os discentes da disciplina, em seguida uma aula expositiva e, por fim, optou-se pela aplicação de três estudos de caso. A forma de coleta de resultados que comprovem a eficácia do presente estudo, foi realizada com um levantamento quantitativo através de questões objetivas respondidas pelos discentes ao longo das etapas iniciais e finais do processo de aplicação.

4.1 Questionário Prévio

Com o intuito de mapear o conhecimento prévio dos discentes quanto aos conceitos, foco do trabalho, que já foram abordados em disciplinas anteriores como a Química Analítica Quantitativa I e a Estatística, na primeira etapa de aplicação foi entregue um questionário prévio (Apêndice A) com três perguntas objetivas enumeradas de 1 a 3.

A primeira pergunta trata a definição teórica dos conceitos de exatidão e precisão, contendo três opções de escolha e tendo como enunciado o seguinte questionamento: “De acordo com o seu conhecimento, o que significa ter exatidão e/ou precisão em um procedimento experimental? Marque a alternativa”. A primeira alternativa deste questionamento afirmava que a precisão e exatidão são sinônimos e que indicam o quanto se chegou perto do resultado esperado, a segunda alternativa descreve exatidão como um indicativo do quanto se chegou perto de um valor verdadeiro e a precisão o quanto se consegue repetir, sem desvios, os valores obtidos. Já na terceira afirmação, a estrutura se enquadra na mesma que a segunda, no entanto os significados de precisão e exatidão são invertidos.

Como segunda questão, o foco se deu na importância do cálculo do desvio padrão e coeficiente de variação de um conjunto de resultados experimentais. Novamente foram apresentadas três opções de resposta e com o enunciado a seguinte pergunta: “Qual a necessidade de se calcular desvio padrão e coeficiente de variação ao reportar os resultados de um procedimento experimental?”. A primeira afirmação indicou que era apenas necessário para constar nos resultados finais de uma pesquisa e que não havia nenhuma importância. A segunda alternativa relacionou a importância deste cálculo para entender a variação de uma sequência de resultados obtidos e poder concluir se os mesmos têm qualidade ou não. E, por fim, a terceira indicou que é apenas um entendimento matemático do resultado final e que não tem quaisquer relações com o trabalho realizado pelo analista.

Enfim, a última pergunta se direciona na definição de um resultado experimental confiável, permitindo novamente três opções de escolha ao discente e como enunciado a seguinte frase: “De que forma você definiria um resultado experimental como confiável?” Neste ponto a primeira afirmação definiu que o resultado seria confiável se apenas o coeficiente de variação estivesse acima de 30%. A segunda esteve voltada para apenas a presença dos valores de desvio padrão e coeficiente de variação, não importando seus valores numéricos. Por fim, a terceira relatou que o resultado seria confiável se apresentasse um coeficiente de variação que não ultrapassasse 10%

4.2 Aula Expositiva

Na segunda etapa do projeto, ministrou-se uma aula expositiva (plano de aula presente no Apêndice B) abordando uma revisão dos conceitos de precisão e exatidão. Os tópicos foram relacionados estatisticamente por meio do cálculo do desvio padrão, coeficiente de variação e erro percentual de dados experimentais. O recurso utilizado nessa aula de 3 horas e 30 minutos foi a apresentação de slides (Apêndice C). Para isso, usou-se um equipamento de data show e o quadro negro para facilitar o desenvolvimento do raciocínio dos discentes. Nesses slides, além dos conceitos mencionados acima, também, foram ilustrados dois exemplos, contendo apenas resultados numéricos sem quaisquer ligações com algum experimento, apenas para que os discentes tivessem a oportunidade de resolver

exercícios e problemas para consolidação de conceitos e procedimentos. Neste momento os discentes realizaram o cálculo da média, do desvio padrão, do coeficiente de variação e do erro percentual, com auxílio da calculadora científica. Desta forma, os discentes puderam realizar um julgamento positivo ou negativo em relação a precisão e exatidão utilizando os dados calculados previamente. Nesta aula, também foram explicitadas questões básicas de BPL e ações que interferem na confiança de resultados obtidos, como presença de procedimentos padronizados, uso correto das vidrarias de precisão, uso de reagentes dentro do prazo de validade, uso correto dos equipamentos eletrônicos e entre outros.

4.3 Estudos de Caso

Por fim foram aplicados três estudos de caso (Apêndice D). O Primeiro estudo de caso abordou a determinação do teor de cloreto em soro fisiológico (Estudo de Caso 1). O segundo estudo de caso apresentou o procedimento de determinação do teor de cálcio no leite (Estudo de Caso 2). Já, o terceiro estudo de casos foi analisada a dosagem, em volumes, de água oxigenada em frasco farmacêutico de 10 volumes (Estudo de Caso 3). Todos os três ensaios escolhidos estão relacionados a procedimentos experimentais vivenciados pelos discentes durante a disciplina de aplicação escolhida.

Cada um dos estudos de caso contém a descrição de como se desenvolveu a análise pelo analista no laboratório, os valores experimentais nas dez réplicas, o procedimento operacional (seja ele um procedimento padronizado ou não) utilizado durante o ensaio e três questões divididas em A (calcular os valores de média, desvio padrão, coeficiente de variação e erro percentual), B (julgar se o ensaio pode ser considerado confiável com base nos cálculos realizado na questão A e na análise do estudo) e C (julgar entre verdadeiro ou falso seis afirmações, que abordam as boas práticas de laboratório e estão relacionadas as ações realizadas pelo operador durante a execução dos ensaios).

4.3.1 Estudo de Caso 1

O estudo de caso 1 foi apresentado aos discentes contendo a seguinte estrutura: 1) procedimento operacional padronizado e referenciado; 2) descrição

detalhada, passo a passo, e data do desenvolvimento do ensaio por um operador; 3) marca e validade dos lotes de reagentes (todos dentro do prazo); 4) dez resultados das réplicas em percentual massa por volume de cloreto sódico; 5) Formulário com questões de A até C.

Nesse primeiro estudo de caso, as seis afirmações da Questão C, enumeradas de 1 a 6, tiveram como objetivo avaliar o conhecimento do aluno em relação aos seguintes itens : 1) o uso de soluções dentro do prazo de validade contribui para a confiabilidade do processo; 2) o operador cometeu um erro em não pesar uma alíquota de reagente sem o uso da balança analítica; 3) o uso de uma proveta para se tomar uma alíquota da amostra não interferiu nos resultados finais; 4) utilizar EPI's evita o contato do operador com a amostra e ao mesmo tempo resguarda a vida do próprio; 5) o operador cometeu um erro ao utilizar uma proveta ao tomar uma certa quantidade de água deionizada; 6) o operador deveria ter se certificado da limpeza das vidrarias antes de iniciar o ensaio.

4.3.2 Estudo de Caso 2

No estudo de caso 2, novamente apresentou-se aos discentes um conjunto de informações separadas em: 1) um procedimento operacional padronizado e referenciado; 2) descrição detalhada com passo a passo e data do desenvolvimento do ensaio por um operador; 3) marca e validade dos lotes de reagentes (contendo um reagente fora do prazo); 4) dez resultados das réplicas em miligramas de cálcio contida em 26g de leite em pó; 5) Questões de A até C.

No entanto a questão C (julgar verdadeiro ou falso para seis afirmações) tiveram abordagens diferentes, as afirmações enumeradas de 1 a 6 tiveram a finalidade de avaliar o conhecimento do aluno nos seguintes itens: 1) a presença de um POP com a confiabilidade; 2) a ação do operador em verificar o pH durante o processo, é de extrema importância para o processo realizado; 3) a necessidade em se verificar a limpeza correta das vidrarias, causa uma redução na chance de surgir contaminações durante o experimento realizado; 4) a não utilização de EPI's por parte do operador não irá afetar o processo realizado; 5) houve um erro por parte do operador em utilizar um indicador fora do prazo de validade; 6) ocorreu um equívoco

quando o operador não ambientalizou a pipeta antes de transferir do frasco para o Erlenmeyer.

4.3.3 Estudo de Caso 3

No estudo de caso 3, apresentou-se aos discentes um conjunto de elementos textuais separados em: 1) um procedimento não padronizado; 2) descrição detalhada com passo a passo e data do desenvolvimento do ensaio por um operador; 3) marca e validade dos lotes de reagentes (contendo um reagente fora do prazo de validade); 4) dez resultados de replicatas dadas em porcentagem massa por volume de peróxido de hidrogênio; 5) Questões de A até C.

Para a questão C, cada uma das seis frases apresentadas tiveram a finalidade de avaliar o conhecimento do aluno em relação aos seguintes itens: 1) a atitude do operador em ambientalizar as vidrarias previamente a execução dos procedimentos experimentais contribuiu para diminuir erros no ensaio realizado; 2) somente se o coeficiente de variação não ultrapassar 10%, pode-se dizer que o ensaio foi confiável e reprodutivo; 3) a não existência de um POP não influencia na confiabilidade do método; 4) as contaminações causadas por vidrarias não limpas, não irão causar diferença significativa nos resultados obtidos; 5) independentemente de haver fator de correção, utilizar uma solução titulante fora do prazo de validade foi um erro; 6) é possível discordar dos cálculos realizados pelo operador, pois não há uma padronização e referência das fórmulas utilizadas para o cálculo do resultado final.

Diante disso, os discentes leram os procedimentos, analisaram as ações efetuadas pelo operador, realizaram os cálculos e a análise estatística dos dados experimentais, responderam objetivamente se consideravam confiável o ensaio realizado e julgaram como verdadeiro ou falso seis afirmações pré-estabelecidas referentes aos estudos de caso propostos acima.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Partindo-se para apresentação e discussão dos resultados obtidos após a aplicação, apresentados na Tabela 1 é possível verificar as questões prévias enumeradas de 1 a 3 e o quantitativo com as respostas assinaladas pelos discentes dividido em certas e erradas, referente ao questionário prévio (Apêndice A).

Tabela 1 – Resultados do questionário prévio (Apêndice A).

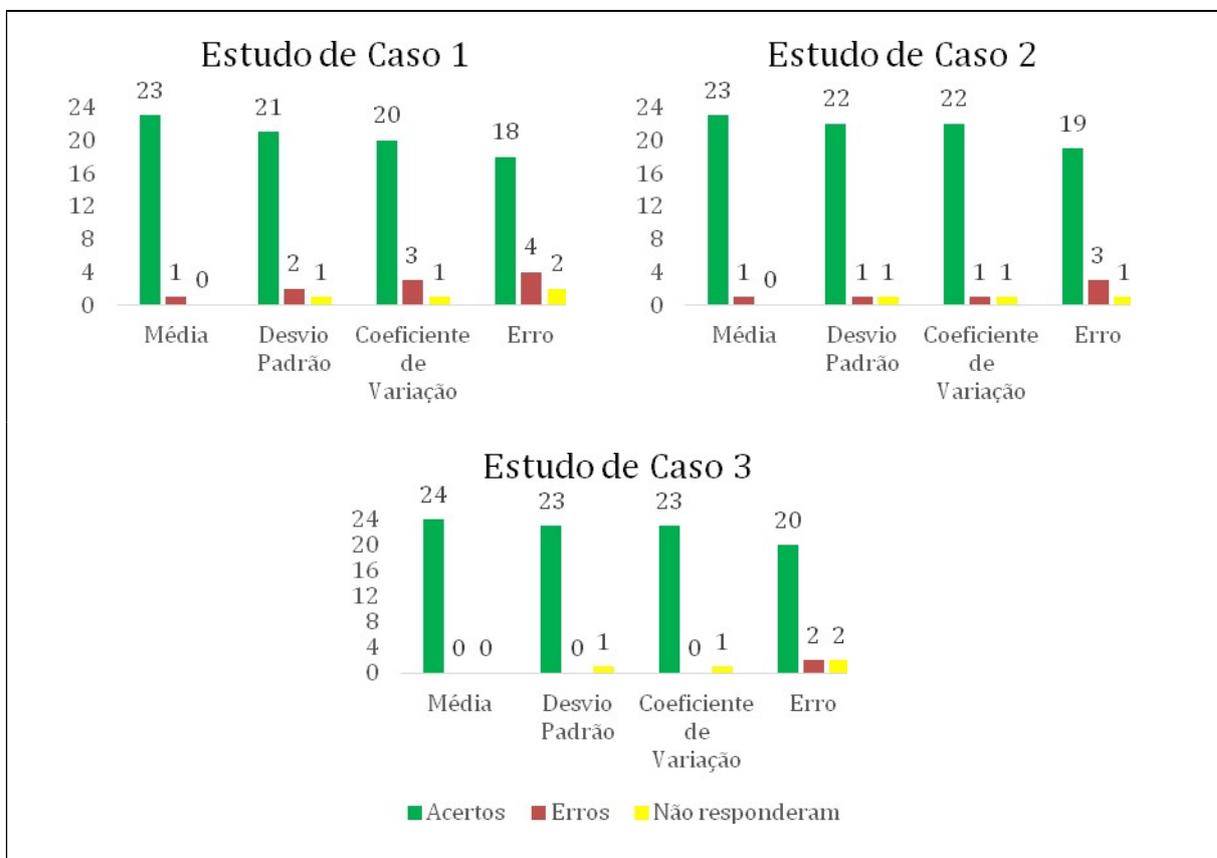
Questão Prévia	Respostas Certas (%)	Respostas Erradas (%)
1- De acordo com o seu conhecimento, o que significa ter exatidão e/ou precisão em um procedimento experimental?	70,8%	29,2%
2- Qual a necessidade de se calcular desvio padrão e coeficiente de variação ao reportar os resultados de um procedimento experimental?	100%	0%
3- De que forma você definiria um resultado experimental como confiável?	95,3%	4,7%

Fonte: Autor próprio, 2021.

Desta forma, observando a Tabela 1, é possível perceber que grande parte dos discentes apresentaram conhecimento prévio quanto aos conteúdos de confiabilidade e estatística, conteúdos esses que são alvos do trabalho. No entanto, ainda há uma parcela da turma que se confunde com a definição dos conceitos de exatidão e precisão, visto através dos 29,2% de equívocos.

Ao analisar as respostas da questão A – cálculo estatísticos dos resultados apresentados – dos três estudos de caso, tem-se, na Figura 1, a representação gráfica das respostas dos discentes. Este quantitativo está dividido de acordo com os subitens da questão (média, desvio, coeficiente de variação e erro percentual), sendo definido a cor verde para respostas corretas, vermelho para as equivocadas e amarelo para os que não souberam responder.

Figura 1 – Representação gráfica das respostas dos discentes obtidas nos estudos de casos (Apêndice D) relacionadas aos valores de média, desvio padrão, coeficiente de variação e erro percentual sendo verde para respostas corretas, vermelho para equivocadas e amarelo para os que não souberam responder.



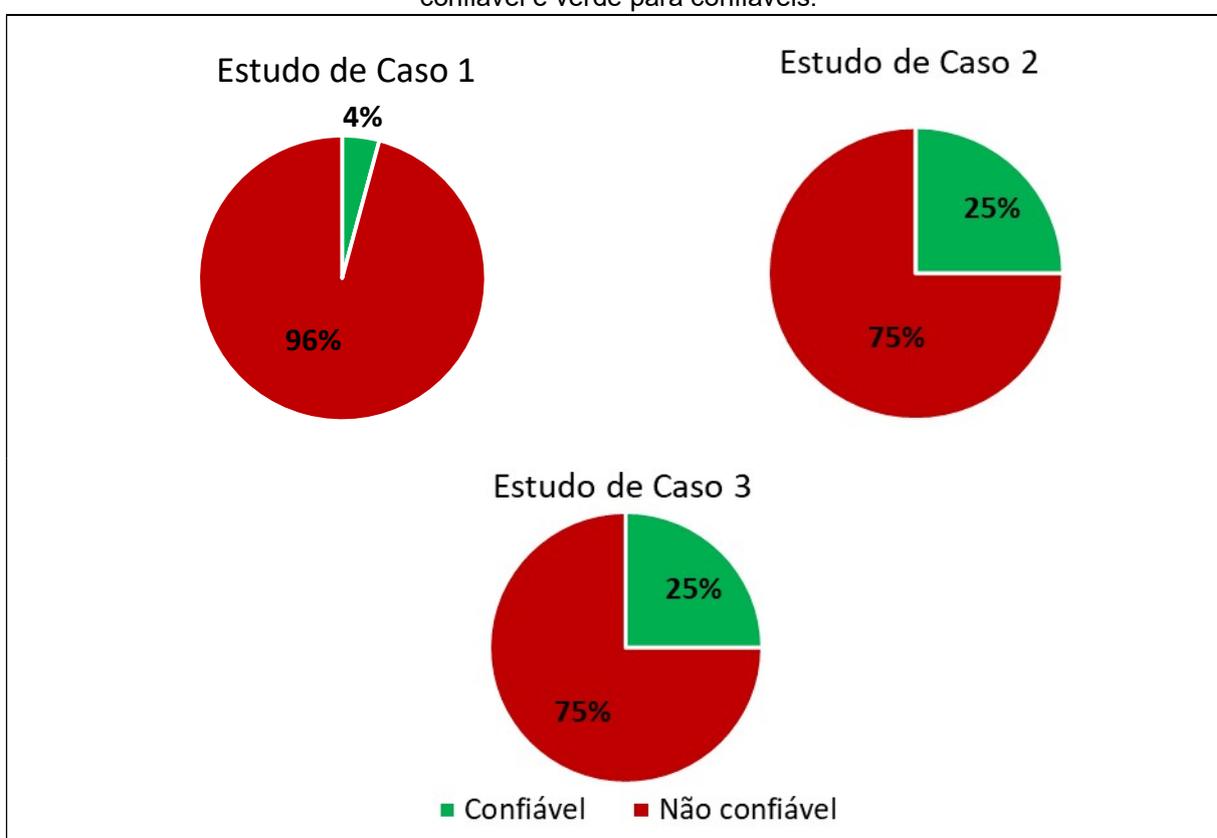
Fonte: Autor próprio, 2021.

Observando os resultados obtidos, há um indicativo de que existe uma parcela da turma que apresenta dúvidas ou confusões na hora de realizar os cálculos. Estes equívocos podem ser atribuídos à imperícia dos discentes ao utilizarem a calculadora científica, pois, como todas as fórmulas necessárias para o desenvolvimento da atividade estavam expostas no quadro e, ao analisar as respostas dos discentes individualmente, foi visto que não há um padrão de repetição de respostas incorretas cometidas nos três estudos de caso, caracterizando assim uma possível confusão na inserção dos dados fornecidos. Para os discentes que deixaram em branco, apenas um cometeu este ato pelo motivo de não ter, no momento da aplicação dos estudos, uma calculadora científica disponível. Outros dois (um no estudo de caso 1 e outro no estudo de caso 3) não é

possível concluir se foi por não saber calcular ou por falta de atenção ao preencher a folha de respostas.

Analisando a questão B (julgar como confiável ou não os ensaios apresentados nos estudos de caso), temos explicitados na Figura 2 os gráficos que representam o percentual das respostas dos discentes em cada um dos estudos de caso e separadas em respostas vermelhas, como não confiável, e verdes, como confiável. Vale ressaltar que, neste momento, todos os três estudos de caso se tratavam de ensaios não confiáveis.

Figura 2 – Representação gráfica das respostas dos discentes na questão B sobre os estudos de caso apresentados (Apêndice D) sendo definido cor vermelha para respostas de não confiável e verde para confiáveis.



Fonte: Autor próprio, 2021.

Mesmo sendo explicitado durante o decorrer da aula expositiva (previamente à aplicação dos estudos de caso) todos os fatores necessários para que um ensaio seja dito como confiável, foi possível observar que uma parcela dos discentes julgaram incorretamente os estudos de caso propostos, visto que, houve respostas indicando como confiáveis os ensaios apresentados. Essas respostas incorretas caíram diretamente no planejado pelo trabalho, uma vez que a questão B foi

propositalmente colocada logo após a apresentação dos dados (Questão A) e antes da análise crítica das etapas do processo (Questão C) buscando caracterizar se os discentes teriam analisado criticamente todo o processo experimental junto aos resultados estatísticos ou se iriam apenas observar os resultados da questão A e imediatamente julgar os ensaios como confiáveis se somente esses dados estatísticos, dentro dos padrões aceitáveis, fossem suficientes.

Continuando o agrupamento de respostas dadas por cada discente, direciona-se no momento para questão C de cada um dos estudos de caso. Esta questão se caracteriza por seis afirmações sobre os ensaios apresentados nos estudos de caso e relacionadas aos conteúdos trabalhados durante a etapa anterior (etapa 2, a aula expositiva).

Para o estudo de caso 1, a Tabela 2 contém as seis afirmações realizadas e ordenadas de primeira a sexta, com o número de respostas corretas e incorretas de cada uma delas.

Tabela 2 – Resultados das seis afirmações no estudo de caso 1 (Apêndice D).

Afirmações realizadas	Respostas certas	Respostas incorretas
1ª - O uso de reagentes e soluções dentro do prazo de validade contribuiu para a confiabilidade dos resultados obtidos.	23	1
2ª - De acordo com o procedimento (POP 001), a operadora deveria ter utilizado uma balança analítica para pesar 0,5 g de carbonato de cálcio.	18	6
3ª - A utilização de uma proveta para retirar uma alíquota da amostra e do padrão não influenciou nos resultados estatísticos obtidos.	23	1
4ª - Utilizar itens de segurança são necessários para evitar o contato do operador com a amostra e ao mesmo tempo resguardar a vida do próprio.	23	1
5ª - Ao acrescentar a água deionizada, o operador deveria ter utilizado uma pipeta graduada ao invés de uma proveta.	16	8
6ª - O operador deveria ter se certificado se as vidrarias estavam bem limpas ao separá-las.	24	0

Fonte: Autor próprio, 2021.

Atentando-se neste momento à primeira afirmação (Tabela 2) do estudo de caso 1, a qual relacionou-se o prazo de validade dos reagentes com a confiabilidade do ensaio apresentado. Foi dito durante a aula expositiva (etapa 2) a necessidade de se verificar e utilizar reagentes dentro do prazo de validade, pois é a única forma de garantir que determinada substância tenha as características reais de acordo com o estipulado no rótulo. É possível atribuir as respostas incorretas ao fato de haver um vício intrínseco nos discentes de minimizar as alterações que possam ocorrer por conta do vencimento do produto, seja a perda de concentração, umidade ou outros fatores que alteram as características da substância presente.

Tratando a segunda, terceira e quinta afirmações do estudo de caso 1 (Tabela 2) é possível estipular duas vertentes para buscar entender o possível motivo que levou parte dos discentes a cometer equívoco no julgamento destas afirmações. A primeira é a possível falta de interpretação do procedimento quanto à necessidade de precisão requerida em diversas etapas do processo. Tanto nas aulas ministradas pela docente regente quanto durante a parte expositiva da aplicação apresentou-se a necessidade de sempre se atentar ao nível de precisão requerido para uma determinada medida, ou seja, relacionar o número de casas decimais exigidas pelo procedimento com o tipo de vidraria a ser usada, seja para uma alíquota de reagente ou amostra. A outra vertente seria um possível deslize de atenção durante a leitura do POP e a comparação com o procedimento adotado pelo operador, uma vez que, a segunda afirmação questionava a necessidade do uso de uma balança analítica para uma substância que não necessitava de precisão analítica – segundo o estipulado no procedimento – e a quinta à qual questiona-se o uso de uma proveta para a transferência de 10 mL de água deionizada, onde, ainda segundo o POP, havia apenas a necessidade de precisão de uma casa decimal, sendo então permitido o uso da proveta.

Ainda nos resultados do estudo de caso 1, a quarta afirmação (Tabela 2) surpreendeu ao apresentar uma resposta equivocada, uma vez que, relaciona-se diretamente com os conceitos de BPL apresentados aos discentes durante a aula expositiva (Etapa 2) e ao longo da disciplina. Este equívoco de apenas um aluno, pode manifestado pelo fato de se ter em mente que os itens de segurança são como somente uma “barreira de segurança” para o operador e não como forma de

resguardar a integridade do processo, visto que os EPI's podem evitar o contato das gorduras/sujidades da mão, gotículas de saliva e outros possíveis interferentes com a amostra.

Seguindo adiante, tem-se os resultados da questão C do estudo de caso 2 (Apêndice D) no qual estão contidos na Tabela 3 e novamente dividido em quantidade de respostas corretas e incorretas.

Tabela 3 – Resultados das seis afirmações no estudo de caso 2.

Afirmações realizadas	Respostas certas	Respostas incorretas
1ª - A presença de um procedimento operacional padrão (POP 002) influencia positivamente na confiabilidade do ensaio, uma vez que, o mesmo é bem referenciado e estudado antes de sua implementação.	22	2
2ª - O operador agiu corretamente ao verificar o pH, uma vez que, o controle do pH para este procedimento, afeta totalmente o resultado final obtido.	19	5
3ª - Certificar-se que as vidrarias estão limpas ao iniciar um ensaio é de extrema importância, uma vez que, diminui as chances de contaminação das soluções.	24	0
4ª - A não utilização de EPI's pelo operador, não interfere na confiabilidade do ensaio realizado.	22	2
5ª - O operador cometeu um erro ao utilizar um indicador fora do prazo de validade, pondo em risco a confiabilidade de todo o ensaio.	24	0
6ª - Ao pipetar a solução diretamente do frasco e sem ambientalizar a pipeta, o operador pode estar contaminando a solução padrão.	24	0

Fonte: Autor próprio, 2021.

Na afirmação com maior índice de erros do estudo de caso 2 (a segunda afirmação da Tabela 3), o erro pode ser atribuído a falta de relação com os conceitos abordados durante a disciplina de Química Analítica Qualitativa. O procedimento, ao indicar a necessidade do acréscimo de uma solução tampão com objetivo de elevar o pH a 10, é indicativo de que o experimento só se dará da melhor forma quando a

reação a ser realizada no Erlenmeyer ocorrer no pH requerido. Este fato é observado quando se estuda o diagrama de especiação do EDTA, pois o mesmo aponta que esta substância estará melhor disponível no pH 10 para realizar as ligações e formar o complexo com o Ca^{2+} presente na amostra de leite. Sendo assim, julgar como desnecessária e incorreta a atitude do operador em verificar o pH pode ocasionar erros no resultado final por conta de não existir garantias de que toda a reação se passou no pH descrito pela literatura, gerando uma desconfiança quanto aos resultados finais do ensaio.

Observando a primeira afirmação do estudo de caso 2 (Tabela 3), ela relaciona a presença de um procedimento padronizado com a confiabilidade de um ensaio. Durante a aula expositiva (Etapa 2), foi apresentada a importância da existência de um procedimento padronizado, suas características e seus caminhos básicos para ser elaborado. Entretanto, trata-se de algo novo e fora do usual para o cotidiano dos discentes e, se atrelada a uma possível forma ininteligível de elucidação destas importâncias durante a parte expositiva, é razoável justificar a presença de respostas incorretas por conta de um mal entendimento da real importância do procedimento padronizado e uma possível confusão com um qualquer “passo-a-passo experimental”.

A quarta afirmação do estudo de caso 2 (Tabela 3) assim como a quarta afirmação do primeiro estudo de caso (Tabela 2) apresentam o mesmo enfoque e a mesma problemática com relação ao uso dos itens de segurança. Sendo assim, apresenta o mesmo obstáculo de entender o EPI apenas como forma de resguardar a integridade do operador e se esquecem que também é uma forma de manter a amostra sem exposição a interferentes.

Adentrando no estudo de caso 3, a questão C do mesmo apresenta os seguintes resultados contidos na Tabela 4, abaixo e separados pela quantidade de respostas corretas e incorretas de acordo com cada afirmação.

Tabela 4 – Resultados das seis afirmações no estudo de caso 3.

Afirmações realizadas	Respostas certas	Respostas incorretas
1ª - A atitude do operador em rinsar as vidrarias com a solução ou amostra antes do uso, contribuiu para diminuição de erros durante o decorrer da análise.	24	0
2ª - Se o coeficiente de variação não ultrapassar 10%, já é possível dizer que o ensaio foi confiável e reprodutivo.	11	13
3ª - A não existência de um procedimento operacional padronizado não influencia na confiabilidade do método.	24	0
4ª - Verificar a limpeza das vidrarias não é necessário, pois qualquer contaminação presente não causará uma diferença significativa no resultado final.	24	0
5ª - Mesmo que levando em consideração o fator de correção da solução titulante, foi um erro utilizá-la fora do prazo de validade, uma vez que, não há garantias que a mesma tem a real concentração de quando foi padronizada.	24	0
6ª - É possível discordar dos cálculos realizados pelo operador, uma vez que não foram explicitados e não há presença de fórmulas padronizadas no procedimento utilizado.	23	1

Fonte: Autor próprio, 2021.

A segunda afirmação, na qual obtive altos índices de erros, do estudo de caso 3 gera uma contradição direta com o que foi dito durante a aula expositiva (etapa 2). Ao dizer que o ensaio é totalmente confiável e reprodutivo apenas se o coeficiente de variação dos resultados finais não ultrapassar os 10% é um erro, pois conforme explicitado durante a aula, há diversas formas de não cumprir as exigências mínimas presentes no POP e nas diretrizes de Boas Práticas Laboratoriais. É possível cometer erros e obter resultados não discrepantes entre si, mas que não representam a medida real e confiável de determinado analito alvo. Esta inexatidão nas respostas dos discentes pode ser ocasionada pelo vício

enraizado de apenas buscar resultados estatísticos que não variem entre si e não observar e avaliar criticamente como se deu cada etapa de execução do ensaio.

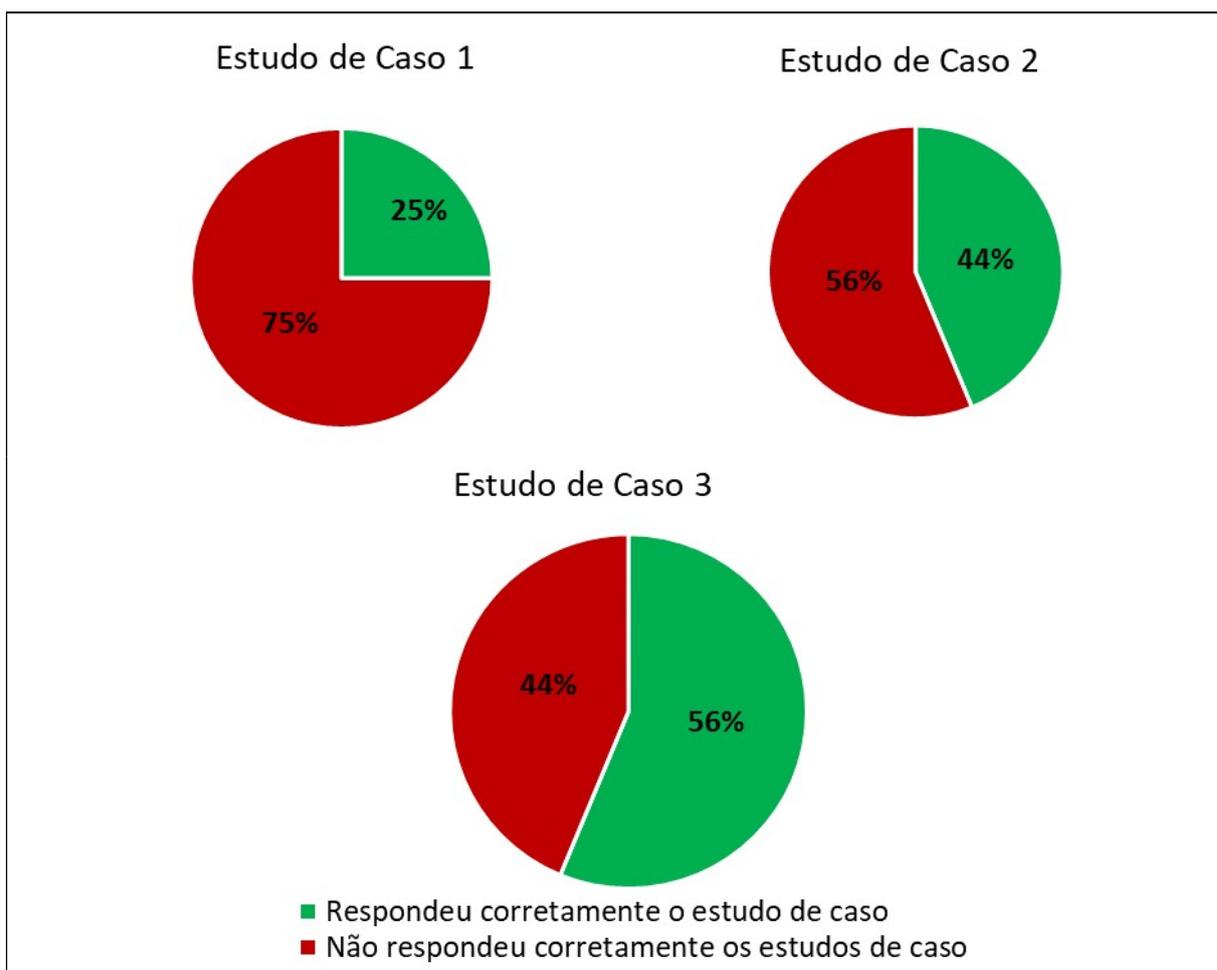
A sexta alegação do estudo de caso 3 (Tabela 4), na qual é dito ser possível discordar dos cálculos realizados pelo operador, relaciona-se diretamente a falta de um procedimento operacional padrão. Pelo fato de o POP ter sido apresentado apenas neste momento de aplicação, atrelado à realidade dos discentes estarem acostumados a apenas ler um procedimento não padronizado, realizar o experimento e calcular com base em seus conhecimentos; é possível entender que os mesmos confiaram nos cálculos realizados pelo operador, mesmo que não houvesse nenhum referencial. Esta confiança pode ser entendida pelo simples fato de julgarem que para estar realizando aquele determinado experimento e ter calculado os resultados finais, o operador deva ser alguém da área ou tenha instrução mínima para performar, sem erros, esses cálculos.

Após apresentados os resultados de todas as etapas de aplicação, é possível estabelecer determinadas relações entre diferentes partes do processo. Uma primeira relação é o cruzamento de dados obtidos de questões B (Julgar como confiável ou não os ensaios, presentes na figura 2) e C (Julgamento de verdadeiro o falso seis afirmações, presentes nas tabelas 1, 2 e 3) de cada estudo de caso. Com isso, para o estudo de caso 1, vemos que dos 96% que julgaram corretamente a confiabilidade do ensaio, somente 39,1% deste total, obtiveram êxito em todas as respostas das afirmações. Já no estudo de caso 2, dos 75% que julgaram de forma correta a confiabilidade, ao comparar com os dados da questão C (Tabela 3), é visto que um total de 55,6% respondeu as afirmações corretamente. Por fim, no terceiro estudo de caso, 75% chegaram à conclusão correta quanto a confiabilidade, no entanto, somente 61,1% obtiveram o êxito total na questão C. Diante das relações realizadas anteriormente, é possível dizer que um percentual dos discentes, que julgaram corretamente o ensaio, não souberam justificar suas respostas, ou seja, demonstram entender corretamente os conceitos teóricos, mas não conseguem aplicá-los na prática.

Continuando as relações entre os dados obtidos, neste momento destaca-se o total de 70.8% dos discentes que obtiveram êxito no questionário prévio (Tabela 1), mas que de alguma forma não obtiveram êxito total durante o desenvolvimento

dos três estudos de caso (Figura 1 e 2 e Tabela 1, 2 e 3). Estes gráficos comparativos se encontram abaixo (Figura 3) e estão separados por cada estudo de caso, sendo a cor verde a porcentagem de discentes que acertaram o estudo de caso na totalidade e, em vermelho, os que não acertaram.

Figura 3 – Representação gráfica da relação entre o total de discentes que obtiveram êxito no questionário prévio com o resultado das respostas dos três estudos de caso sendo vermelho os discentes que não acertaram e verde os que acertaram.



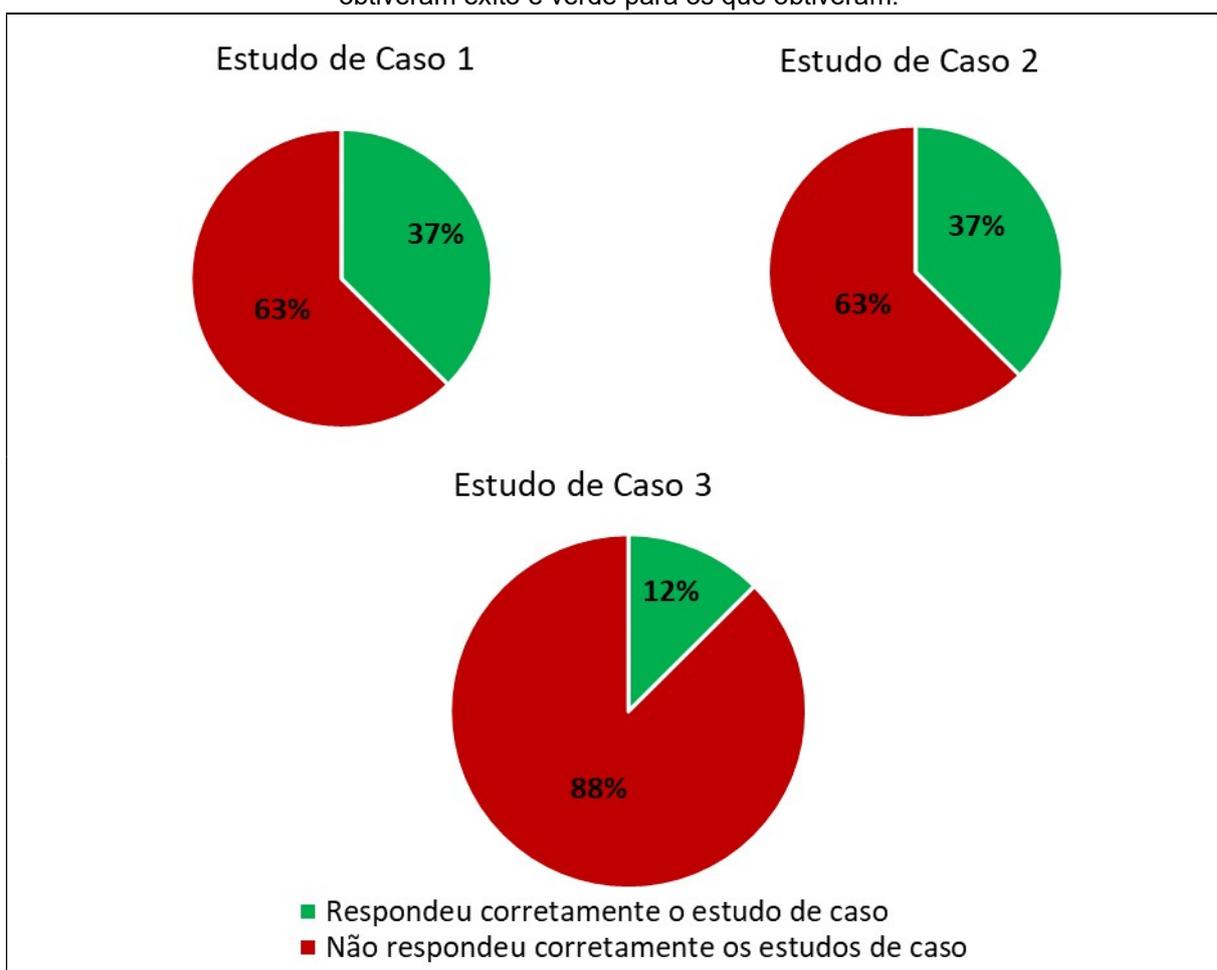
Fonte: Autor próprio, 2021.

Estes dados fornecidos pela Figura 3 reforçam a ideia apresentada anteriormente de que a grande porcentagem de discentes que demonstraram um bom conhecimento prévio quanto aos conteúdos alvos do trabalho, relataram dificuldades na aplicação destes conhecimentos durante a execução dos estudos de casos.

Pontuando uma relação similar a anterior, entretanto de forma contrária, é possível observar na figura abaixo (Figura 4) as associações gráficas dos discentes que inicialmente não apresentaram conhecimento prévio, 29,2% da turma (Tabela

1), mas que após a aula expositiva (etapa 2) obtiveram êxito total nos estudos de caso. Estes gráficos estão divididos em cor verde, percentual de discentes que obtiveram êxito total no estudo de caso, e vermelho, percentual de discentes que não obtiveram êxito total.

Figura 4 – Representação gráfica da relação entre o total de alunos que não obtiveram êxito no questionário prévio com as respostas dos três estudos de caso sendo vermelha para os que não obtiveram êxito e verde para os que obtiveram.



Fonte: Autor próprio, 2021.

Observa-se que um percentual dos discentes, acima da metade, não atingiu o êxito total nos três estudos de caso e sendo assim um resultado abaixo do esperado. No entanto é possível identificar que houve um regular resultado positivo através do percentual de discentes que, mesmo sem apresentar conhecimento prévio, obtiveram êxito em um ou mais estudos de casos. Este resultado regular pode ser atribuído a uma positividade na condução da aula expositiva e no uso da ferramenta de estudos de caso no auxílio a construção do conhecimento.

6 CONCLUSÃO

Percebe-se que não há uma defasagem significativa por parte dos discentes quanto aos conhecimentos teóricos abordados e sim uma dificuldade de uma determinada parcela da turma, em aplicar estes conteúdos diante de uma situação problema, fato que foi observado através da comparação do questionário prévio com os estudos de casos. Outra questão que chamou atenção durante a análise dos resultados é que grande parte dos equívocos se concentrou em três assuntos: saber aplicar corretamente os diferentes tipos de vidrarias e equipamentos; importância de um procedimento operacional padronizado; importância do uso de equipamentos de proteção individual. Dentre os três apontados, apenas a presença do procedimento operacional padrão é algo novo e foi apresentado no momento da aplicação do trabalho. Isto pode ser um indicativo de que existe uma falha na construção do conhecimento quanto a importância do uso de EPI's e as vidrarias de precisão, os quais vêm sendo abordados desde o início do curso técnico. Diante disso, faz-se necessário uma ênfase maior para os conceitos e práticas no uso das diversas vidrarias e suas importâncias, quanto também as medidas de segurança e uso de EPI's em ambientes controlados.

Por fim, o estudo sugere ser necessário o desenvolvimento de atividades e projetos que visam contemplar a aplicação dos conceitos teóricos abordados em sala em situações problemas, visto que houve ocorrência de discentes que entendem teoricamente o assunto, mas que, no entanto, não conseguem aplicá-los na prática. Ao mesmo tempo o estudo foi capaz de contemplar o objetivo de auxiliar na construção do conhecimento, visto que houve discentes que não apresentaram conhecimento prévio, mas que após a aula expositiva, obtiveram êxito total em no mínimo um dos três estudos propostos. Neste sentido, é possível formar futuros técnicos que interpretem criticamente a integridade do seu processo e saibam contornar os erros e dificuldades deste processo, abrindo possibilidade para uma melhor eficácia no uso de vidrarias, equipamentos e insumos sem perda credibilidade e segurança do experimento a ser performado.

REFERÊNCIAS

ABREU, D. G. de; COSTA, C. R.; ASSIS, M. das D.; IAMAMOTO, Y. Uma proposta para o ensino de química analítica qualitativa. **Química Nova**. v. 29, n 6, p. 1381-1386, 2006.

ALMEIDA, M. R.; PINTO, A. C. Uma breve história da química Brasileira. **Cienc. Cult.**, São Paulo, v. 63, n. 1, p. 41-44,2011.

ALVES, N. P.; MORAES, D. N. Metrologia Química e a Utilização de Materiais de Referência em Medições Química. *In*: CONGRESSO QUIMILAB, 2002, São Paulo. **Anais do congresso QUIMILAB 2002**. Artigo do congresso QUIMILAB, Universidade do Vale do Paraíba. 2002.

BACCAN, N. **Química Analítica Quantitativa Elementar**. 7ª ed. São Paulo: Editora Edgard Blücher, 1979.

BAKER, M.; PENNY, D. Is there a reproducibility crisis? A Nature survey lifts the lid on how researchers view the “crisis” rocking science and what they think will help. **NATURE**, v. 553. 2016.

BRANDI, H. S.; SOUZA, T. L. **Metrologia: pilar da inovação**. Editora ESP. v. 15, n. 31, p. 355-378, 2010.

CANTARINO, C. Metrologia química: nova fronteira na área de alimentos e bebidas. **Inovação Uniemp** [online]. vol.2, n.4, p. 20-21, 2006.

DIAS et al. **Química Analítica: Teoria e pratica essenciais**. 1ª ed. Editora Bookman. Porto Alegre, 2016.

FILHO, O. B.; PRADA, P. R.; MENEGHESSO, C.; LANÇAS, F. M. Desvendando a medição nos ensaios químicos 2. A Rastreabilidade da Medida. **Scientia Chromatographica**. vol.4, n.3, p. 217-226, 2012.

FILHO, O. B.; PRADA, P. R.; MENEGHESSO, C.; LANÇAS, F. M. Desvendando a medição nos ensaios químicos 1. A Curva analítica ou de calibração. **Scientia Chromatographica**. vol.3, n.3, p. 251-261, 2011. ISSN 1984-4433

FREIRE, P.; **Pedagogia do Oprimido**, 44ª ed., Editora Paz e Terra: Rio de Janeiro, 2005

HARRIS, D. C. **Análise Química Quantitativa**. 7ª ed. Editora LTC., 2008.

INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA DO RIO DE JANEIRO. Projeto Pedagógico de Curso (PPC). Rio de Janeiro: 2012. Fornecido pela coordenadora do curso

MOLINARO, E. M. et al. **Conceitos e métodos para a formação de profissionais em laboratórios de saúde: Volume 1**. Editora PSJV; IOC, 2009.

SKOOG, D. M.; WEST, F. J.; STANLEY, R. C. **Fundamentos da química analítica**. 8ª ed. Editora Thomson, 2013.

PAZINATO, M. S.; BRAIBANTE, M. E. F. O estudo de caso como estratégia metodológica para o ensino de química no nível médio. **UFSM**. vol 3, n 2, 2014.

INMETRO. Orientações para a atividade de reconhecimento da conformidade aos princípios de boas práticas de laboratório – BPL. Brasil, 2019.

INMETRO. **Vocabulário Internacional de Metrologia**. 2. ed. Rio de Janeiro: CNI/Senai, 2000

LOPES, R. M.; FILHO, M. V. S.; MARSDEN, M.; ALVES, N. G. Aprendizagem baseada em problemas: uma experiência no ensino de química toxicológica. **Química Nova**, v. 34, n. 7, p. 1275-1280, 2011.

MARTINS, G. A. **Estatística geral e aplicada**. 3ª ed, Editora Atlas, 2010.

ORGANIZATION FOR ECONOMIC CO-OPERATION AND DEVELOPMENT. Series on principles of good laboratory practice and compliance monitoring. Paris, 1998.

SÁ, L. P.; FRANCISCO, C. A.; QUEIROZ, S. L. Estudos de caso em química. **Química Nova**. vol 30, n 3, p. 731-739, 2007.

SÁ, L. P.; QUEIROZ, S. L. Promovendo a argumentação no ensino superior de química. **Química Nova**, v. 30, n. 8, p. 2035-2042, 2007.

SILVA, O. B. da; OLIVEIRA, J. R. S.; QUEIROZ, S. J. SOS Mogi-guaçu: Contribuições de um estudo de caso para a educação química no Nível Médio. **Química Nova na Escola**, v. 33, n. 3, 2011.

APÊNDICE A – QUESTIONÁRIO PRÉVIO

INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA DO RIO DE JANEIRO

NOME: _____ TURMA: _____

1. De acordo com o seu conhecimento, o que significa ter exatidão e/ou precisão em um procedimento experimental?

Precisão e exatidão tem o mesmo significado, ou seja, tem como definição o quanto se chegou perto do resultado esperado.

Ter exatidão significa o quanto se chegou próximo a um valor dito como “Verdadeiro” e ter precisão é o quanto se consegue repetir continuamente, sem muitos desvios, os valores de um experimento.

Ter precisão significa o quanto se chegou próximo a um valor dito como “Verdadeiro” e ter exatidão é o quanto se consegue repetir continuamente, sem muitos desvios, os valores de um experimento.

2. Qual a necessidade de se calcular desvio padrão e coeficiente de variação ao reportar os resultados de um procedimento experimental?

Apenas para constar nos resultados finais, não há nenhuma outra finalidade.

É uma forma de tratamento estatístico voltado para análise da variação de uma sequência de resultados finais, no intuito de definir se é um ensaio reprodutivo ou não.

São necessários apenas para entender matematicamente o resultado final e não tem qualquer relação com trabalho do analista no laboratório.

3. De que forma você definiria um resultado experimental como confiável?

Um resultado em que o coeficiente de variação referente aos resultados obtidos fique acima de 30%

Um resultado que apenas apresente os valores de desvio padrão e coeficiente de variação, independente da ordem de grandeza desses valores.

Um resultado em que o coeficiente de variação referente aos resultados obtidos não ultrapasse 10%.

APÊNDICE B – PLANO DE AULA

PLANEJAMENTO DAS ATIVIDADES PRÁTICAS A SEREM DESENVOLVIDA

<u>Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio de Janeiro, campus Duque de Caxias</u>	Data: 05/11/2019
--	------------------

Nome do Aluno/Professor: Matheus Schuengue Pimentel
Turma: Química 261 Data: 05/11/2019 Cronograma: de 13:00 às 15:45
Tema ou Conteúdo: Metrologia Básica, conceitos de Boas Práticas de Laboratório e confiabilidade em ensaios químicos.
Objetivos Específicos: Trabalhar conceitos de precisão e exatidão; Apresentar fatores que alteram a confiabilidade de ensaios experimentais.
Caracterização das Atividades/Metodologia: Como início será aplicado um questionário prévio com o intuito de mapear o conhecimento dos discentes acerca do tema proposto. Após esse momento haverá uma aula expositiva que, inicialmente abordará o significado dos termos de exatidão e precisão, em seguida seus cálculos e exercícios propostos aos alunos durante a explicação para fixar este conteúdo. Em seguida, será expostas as questões de Boas Práticas de Laboratório e como elas podem influenciar positivamente a um experimento, correlacionando diretamente com a confiabilidade de ensaios laboratoriais. Por fim será entregue três estudos de caso sobre experimentos vivenciados pelos discentes para que os mesmos leiam, interpretem as ações realizadas por um operador, realizem os devidos cálculos e julguem como confiável ou não o desenvolver do experimento.
Recursos: Quadro, pilot, slides e estudo de casos.
Avaliação: A avaliação se dará através de um levantamento quantitativo das respostas feitas pelos discentes nas etapas do questionário prévio e estudos de caso.

APÊNDICE C – SLIDES DA AULA EXPOSITIVA


INSTITUTO FEDERAL
 Rio de Janeiro
 Campus Duque de Caxias

Confiabilidade e Reprodutibilidade em ensaios químicos

POR: MATHIEUS SCHIUTNGUE PIMENTEL
 TURMA: QUIM 261
 PROFESSORA: FERNANDA FARIA MARTINS

<p>Confiabilidade e Reprodutibilidade</p> <p>- Como você julgaria um ensaio químico como confiável e reprodutivo?</p>	<p>Confiabilidade e Reprodutibilidade</p> <p>- Como você julgaria um ensaio químico como confiável e reprodutivo?</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Procedimento experimental bem referenciado e padronizado;
<p>Confiabilidade e Reprodutibilidade</p> <p>- Como você julgaria um ensaio químico como confiável e reprodutivo?</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Procedimento experimental bem referenciado e padronizado; ➤ Operador devidamente capacitado; 	<p>Confiabilidade e Reprodutibilidade</p> <p>- Como você julgaria um ensaio químico como confiável e reprodutivo?</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Procedimento experimental bem referenciado e padronizado; ➤ Operador devidamente capacitado; ➤ Uso de vidrarias limpas e calibradas;
<p>Confiabilidade e Reprodutibilidade</p> <p>- Como você julgaria um ensaio químico como confiável e reprodutivo?</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Procedimento experimental bem referenciado e padronizado; ➤ Operador devidamente capacitado; ➤ Uso de vidrarias limpas e calibradas; ➤ Reagentes dentro dos prazos de validade; 	<p>Confiabilidade e Reprodutibilidade</p> <p>- Como você julgaria um ensaio químico como confiável e reprodutivo?</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Procedimento experimental bem referenciado e padronizado; ➤ Operador devidamente capacitado; ➤ Uso de vidrarias limpas e calibradas; ➤ Reagentes dentro dos prazos de validade; ➤ Resultados estatisticamente válidos;
<p>Confiabilidade e Reprodutibilidade</p> <p>- Como você julgaria um ensaio químico como confiável e reprodutivo?</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Procedimento experimental bem referenciado e padronizado; ➤ Operador devidamente capacitado; ➤ Uso de vidrarias limpas e calibradas; ➤ Reagentes dentro dos prazos de validade; ➤ Resultados estatisticamente válidos; 	<p>Confiabilidade e Reprodutibilidade</p> <p style="text-align: center;">✘</p>

<p>Confiabilidade e Reprodutibilidade</p> <p>PRECISÃO (Reprodutibilidade) ✗</p> <p>A "intensidade" com que se consegue repetir os resultados obtidos.</p> <p>2</p>	<p>Confiabilidade e Reprodutibilidade</p> <p>PRECISÃO (Reprodutibilidade) ✗</p> <p>A "intensidade" com que se consegue repetir os resultados obtidos.</p> <p>2</p>
<p>Confiabilidade e Reprodutibilidade</p> <p>PRECISÃO (Reprodutibilidade) ✗ EXATIDÃO</p> <p>A "intensidade" com que se consegue repetir os resultados obtidos.</p> <p>2</p>	<p>Confiabilidade e Reprodutibilidade</p> <p>PRECISÃO (Reprodutibilidade) ✗ EXATIDÃO</p> <p>A "intensidade" com que se consegue repetir os resultados obtidos. O "quanto" próximo se chegou a um valor-dito como verdadeiro.</p> <p>2</p>
<p>Precisão e Exatidão</p> <p> - Preciso - Exato</p> <p>3</p>	<p>Precisão e Exatidão</p> <p> ✓ - Preciso ✓ - Exato</p> <p> - Preciso - Exato</p> <p> - Preciso - Exato</p> <p> - Preciso - Exato</p> <p>3</p>
<p>Precisão e Exatidão</p> <p> ✓ - Preciso ✓ - Exato</p> <p> - Preciso - Exato</p> <p> ✓ - Preciso ✗ - Exato</p> <p> - Preciso - Exato</p> <p>3</p>	<p>Precisão e Exatidão</p> <p> ✓ - Preciso ✓ - Exato</p> <p> ✓ - Preciso ✗ - Exato</p> <p> ✓ - Preciso ✗ - Exato</p> <p> - Preciso - Exato</p> <p>3</p>
<p>Precisão e Exatidão</p> <p> ✓ - Preciso ✓ - Exato</p> <p> ✓ - Preciso ✗ - Exato</p> <p> ✓ - Preciso ✗ - Exato</p> <p> ✗ - Preciso ✗ - Exato</p> <p>3</p>	<p>Precisão</p> <p>Desvio Padrão: É o cálculo matemático que expressa a amplitude de variação com que a série de resultados obtidos varia entre si.</p> <p>4</p>

Precisão

Desvio Padrão: É o cálculo matemático que expressa a amplitude de variação com que a série de resultados obtidos varia entre si.

$$S = \sqrt{\frac{(x_1 - M)^2 + \dots + (x_n - M)^2}{n}}$$

Onde:
 S – Desvio Padrão;
 Xi – Um valor do conjunto de dados;
 M – Média Aritmética;
 n – Quantidade total de dados do conjunto.

Precisão

Coefficiente de Variação: É o cálculo matemático que expressa a amplitude de variação com que a série de resultados obtidos varia entre si, no entanto na forma de porcentagem.

4
5

Precisão

Coefficiente de Variação: É o cálculo matemático que expressa a amplitude de variação com que a série de resultados obtidos varia entre si, no entanto na forma de porcentagem.

$$CV = \frac{S}{M} \times 100$$

Onde:
 CV – Coeficiente de variação (%);
 S – Desvio Padrão;
 M – Média Aritmética;

Precisão

Coefficiente de Variação: É o cálculo matemático que expressa a amplitude de variação com que a série de resultados obtidos varia entre si, no entanto na forma de porcentagem.

$$CV = \frac{S}{M} \times 100$$

Onde:
 CV – Coeficiente de variação (%);
 S – Desvio Padrão;
 M – Média Aritmética;

Observação:

Se o valor obtido for:

≤ 15% - Resultados com pouca variação;
 ≥ 16% e ≤ 29% - Há uma variação significativa dos resultados;
 ≥ 30% - Não há homogeneidade nos resultados obtidos.

5
5

Exatidão

Erro

Exatidão

Erro

Sistemático:
 Pode ser identificado e corrigido, como por exemplo, um equipamento descalibrado, erro do método e outros.

6
6

Exatidão

Erro

Sistemático:
 Pode ser identificado e corrigido, como por exemplo, um equipamento descalibrado, erro do método e outros.

Grosseiro:
 falta de pericia do analista, uma falha humana.

Exatidão

Erro

Sistemático:
 Pode ser identificado e corrigido, como por exemplo, um equipamento descalibrado, erro do método e outros.

Grosseiro:
 Falta de pericia do analista, uma falha humana.

Aleatório:
 Não pode ser corrigido, sempre estará presente, como por exemplo, o ruído elétrico em aparatos eletrônicos.

6
6

Exatidão

Erro percentual: É o cálculo do quanto se desviou o valor encontrado com o valor esperado em porcentagem.

Exatidão

Erro percentual: É o cálculo do quanto se desviou o valor encontrado com o valor esperado em porcentagem.

$$\text{Erro (\%)} = \frac{(X_{\text{encl}} - X_{\text{esper}})}{X_{\text{esper}}} \times 100$$

Onde:
 X_{encl} – Valor encontrado;
 X_{esper} – Valor esperado.

7
7

Exatidão

Erro percentual: É o cálculo do quanto se desviou o valor encontrado com o valor esperado em porcentagem.

$$\text{Erro (\%)} = \frac{X_{\text{encontrado}} - X_{\text{esperado}}}{X_{\text{esperado}}} \times 100$$

Onde:
 $X_{\text{encontrado}}$ - Valor encontrado;
 X_{esperado} - Valor esperado.

Observação

O percentual de erro tolerado vai depender da demanda de cada local de trabalho, no geral é no máximo 5%.

Exemplos

Exemplo 1:

Repetição	Resultado (mg/L)
1	2,50
2	2,50
3	2,40
4	2,40

Média:	
Desvio Padrão:	
Coefficiente de Variação:	
Erro percentual:	

Valor esperado 2,40 mg/L

- Preciso
- Exato

Exemplos

Exemplo 1:

Repetição	Resultado (mg/L)
1	2,50
2	2,50
3	2,40
4	2,40

Média:	2,45 mg/L
Desvio Padrão:	
Coefficiente de Variação:	
Erro percentual:	

Valor esperado 2,40 mg/L

- Preciso
- Exato

Exemplos

Exemplo 1:

Repetição	Resultado (mg/L)
1	2,50
2	2,50
3	2,40
4	2,40

Média:	2,45 mg/L
Desvio Padrão:	±0,057735 mg/L
Coefficiente de Variação:	
Erro percentual:	

Valor esperado 2,40 mg/L

- Preciso
- Exato

Exemplos

Exemplo 1:

Repetição	Resultado (mg/L)
1	2,50
2	2,50
3	2,40
4	2,40

Média:	2,45 mg/L
Desvio Padrão:	±0,057735 mg/L
Coefficiente de Variação:	2,36 %
Erro percentual:	

Valor esperado 2,40 mg/L

✓ **- Preciso**
✓ **- Exato**

Exemplos

Exemplo 1:

Repetição	Resultado (mg/L)
1	2,50
2	2,50
3	2,40
4	2,40

Média:	2,45 mg/L
Desvio Padrão:	±0,057735 mg/L
Coefficiente de Variação:	2,36 %
Erro percentual:	2,08 %

Valor esperado 2,40 mg/L

✓ **- Preciso**
✓ **- Exato**

Exemplos

Exemplo 2:

Repetição	Resultado (mg/L)
1	2,50
2	4,10
3	3,50
4	4,90

Média:	
Desvio Padrão:	
Coefficiente de Variação:	
Erro percentual:	

Valor esperado 4,30 mg/L

- Preciso
- Exato

Exemplos

Exemplo 2:

Repetição	Resultado (mg/L)
1	2,50
2	4,10
3	3,50
4	4,90

Média:	3,75 mg/L
Desvio Padrão:	
Coefficiente de Variação:	
Erro percentual:	

Valor esperado 4,30 mg/L

- Preciso
- Exato

Exemplos

Exemplo 2:

Repetição	Resultado (mg/L)
1	2,50
2	4,10
3	3,50
4	4,90

Média:	3,75 mg/L
Desvio Padrão:	±1,011599 mg/L
Coefficiente de Variação:	
Erro percentual:	

Valor esperado 4,30 mg/L

- Preciso
- Exato

Exemplos

Exemplo 2:

Repetição	Resultado (mg/L)
1	2,50
2	4,10
3	3,50
4	4,90

Média:	3,75 mg/L
Desvio Padrão:	±1,011599 mg/L
Coefficiente de Variação:	26,97 %
Erro percentual:	

Valor esperado 4,30 mg/L

✗ **- Preciso**
✗ **- Exato**

Exemplos

Exemplo 2:

Repetição	Resultado (mg/L)
1	2,50
2	4,10
3	3,50
4	4,90

Valor esperado 4,30 mg/L

Média:	3,75 mg/L
Desvio Padrão:	±1,011599 mg/L
Coefficiente de Variação:	26,97 %
Erro percentual:	12,79 %

❌ - **Preciso**
❌ - **Exato**

Fatores que influenciam a confiabilidade

→ Procedimento operacional padrão (POP):

- Bem referenciado bibliograficamente;
- Elaborado, revisado e aprovado por um grupo de trabalho;
- Deve ser seguido a risca em todas as etapas pelo operador;
- Uma forma de tornar o ensaio experimental padronizado, sempre com as mesmas etapas e situações.



Fatores que influenciam a confiabilidade

→ Uso correto das vidrarias:

- Vidrarias de precisão para amostragem e substâncias que irão entrar nos cálculos;
- Certificar-se sempre da limpeza das mesmas;
- Sempre rinsar com a substância de interesse as vidrarias.



Fatores que influenciam a confiabilidade

→ Técnicas utilizadas no laboratório:

- Transferir a substância para um bécher antes de pipetar;
- Observar o menisco corretamente durante o preparo das soluções;
- Estar aparelhado com os corretos EPI's.



Fatores que influenciam a confiabilidade

→ Equipamentos e Reagentes:

- Uso de reagente dentro do prazo de validade;
- Uso correto dos equipamentos de acordo com o manual;
- Certificar-se da calibração dos mesmos.



Exemplo Padronização do EDTA (0,01 mol/L)

Descrição do procedimento operacional padrão:

- Pesou 2,9 (±0,1) gramas de sal EDTA;
- Transferir para um balão de 1000 mL e avolumar;
- Encher a bureta com a solução preparada;
- Transferir 5,00 mL do padrão de Cálcio 0,01 mol/L para um erlenmeyer;
- Adicionar 6,5 mL de tampão amoniacal;
- Adicionar 7 gotas do indicador Negro Eriocromo T;
- Titular e anotar os volumes.

Exemplo Padronização do EDTA (0,01 mol/L)

Ações do operador:

- Certificou-se da limpeza das vidrarias e a validade dos reagentes;
- Pesou 2,9842 gramas de sal EDTA, esperando a balança estabilizar;
- Transferiu para um balão de 1000 mL e avolumou segurando com a mão na altura dos olhos;
- Rinsou e encheu a bureta com a solução preparada;
- Transferiu 5,00 mL do padrão de Cálcio 0,01 mol/L para um Erlenmeyer com o auxílio de uma proveta;
- Colocou 6,5 mL do tampão amoniacal com uma proveta;
- Inseriu 7 gotas do indicador;
- Titulou e anotou os volumes.

Exemplo Padronização do EDTA (0,01 mol/L)

Resultados encontrados:

Repetições	Resultado (mol/L)
1	0,0185
2	0,0163
3	0,0109
4	0,0143
5	0,0155

Valor esperado 0,0102 mol/L

Média:	
Desvio Padrão:	
Coefficiente de Variação:	
Erro percentual:	

- **Preciso**
- **Exato**

Exemplo Padronização do EDTA (0,01 mol/L)

Resultados encontrados:

Repetições	Resultado (mol/L)
1	0,0185
2	0,0163
3	0,0109
4	0,0143
5	0,0155

Valor esperado 0,0102 mol/L

Média:	0,0151 mol/L
Desvio Padrão:	
Coefficiente de Variação:	
Erro percentual:	

- **Preciso**
- **Exato**

Exemplo Padronização do EDTA (0,01 mol/L)

Resultados encontrados:

Repetições	Resultado (mol/L)
1	0,0185
2	0,0163
3	0,0109
4	0,0143
5	0,0155

Valor esperado 0,0102 mol/L

Média:	0,0151 mol/L
Desvio Padrão:	±0,002804 mg/L
Coefficiente de Variação:	
Erro percentual:	

- **Preciso**
- **Exato**

<p style="text-align: center;">Exemplo Padronização do EDTA (0,01 mol/L)</p> <p>Resultados encontrados:</p> <table border="1" style="display: inline-table; margin-right: 20px;"> <thead> <tr> <th>Repetições</th> <th>Resultado (mol/L)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>1</td><td>0,0185</td></tr> <tr><td>2</td><td>0,0163</td></tr> <tr><td>3</td><td>0,0109</td></tr> <tr><td>4</td><td>0,0143</td></tr> <tr><td>5</td><td>0,0155</td></tr> </tbody> </table> <table border="1" style="display: inline-table;"> <tbody> <tr><td>Média:</td><td>0,0151 mol/L</td></tr> <tr><td>Desvio Padrão:</td><td>$\pm 0,002804$ mg/L</td></tr> <tr><td>Coefficiente de Variação:</td><td>18,57 %</td></tr> <tr><td>Erro percentual:</td><td></td></tr> </tbody> </table> <p style="text-align: center;">✘ - Preciso - Exato</p> <p>Valor esperado 0,0102 mol/L</p> <p style="text-align: right;">16</p>	Repetições	Resultado (mol/L)	1	0,0185	2	0,0163	3	0,0109	4	0,0143	5	0,0155	Média:	0,0151 mol/L	Desvio Padrão:	$\pm 0,002804$ mg/L	Coefficiente de Variação:	18,57 %	Erro percentual:		<p style="text-align: center;">Exemplo Padronização do EDTA (0,01 mol/L)</p> <p>Resultados encontrados:</p> <table border="1" style="display: inline-table; margin-right: 20px;"> <thead> <tr> <th>Repetições</th> <th>Resultado [mol/L]</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>1</td><td>0,0185</td></tr> <tr><td>2</td><td>0,0163</td></tr> <tr><td>3</td><td>0,0109</td></tr> <tr><td>4</td><td>0,0143</td></tr> <tr><td>5</td><td>0,0155</td></tr> </tbody> </table> <table border="1" style="display: inline-table;"> <tbody> <tr><td>Média:</td><td>0,0151 mol/L</td></tr> <tr><td>Desvio Padrão:</td><td>$\pm 0,002804$ mg/L</td></tr> <tr><td>Coefficiente de Variação:</td><td>18,57 %</td></tr> <tr><td>Erro percentual:</td><td>48,04 %</td></tr> </tbody> </table> <p style="text-align: center;">✘ - Preciso ✘ - Exato</p> <p>Valor esperado 0,0102 mol/L</p> <p style="text-align: right;">16</p>	Repetições	Resultado [mol/L]	1	0,0185	2	0,0163	3	0,0109	4	0,0143	5	0,0155	Média:	0,0151 mol/L	Desvio Padrão:	$\pm 0,002804$ mg/L	Coefficiente de Variação:	18,57 %	Erro percentual:	48,04 %
Repetições	Resultado (mol/L)																																								
1	0,0185																																								
2	0,0163																																								
3	0,0109																																								
4	0,0143																																								
5	0,0155																																								
Média:	0,0151 mol/L																																								
Desvio Padrão:	$\pm 0,002804$ mg/L																																								
Coefficiente de Variação:	18,57 %																																								
Erro percentual:																																									
Repetições	Resultado [mol/L]																																								
1	0,0185																																								
2	0,0163																																								
3	0,0109																																								
4	0,0143																																								
5	0,0155																																								
Média:	0,0151 mol/L																																								
Desvio Padrão:	$\pm 0,002804$ mg/L																																								
Coefficiente de Variação:	18,57 %																																								
Erro percentual:	48,04 %																																								
<p style="text-align: center;">Exemplo Padronização do EDTA (0,01 mol/L)</p> <p>→ Avaliação da ação do operador durante o decorrer do ensaio:</p> <p style="margin-left: 20px;">→ Procedimento padronizado: ✓</p> <p style="text-align: right;">17</p>	<p style="text-align: center;">Exemplo Padronização do EDTA (0,01 mol/L)</p> <p>→ Avaliação da ação do operador durante o decorrer do ensaio:</p> <p style="margin-left: 20px;">→ Procedimento padronizado: ✓</p> <p style="text-align: right;">17</p>																																								
<p style="text-align: center;">Exemplo Padronização do EDTA (0,01 mol/L)</p> <p>→ Avaliação da ação do operador durante o decorrer do ensaio:</p> <p style="margin-left: 20px;">→ Procedimento padronizado: ✓</p> <p style="margin-left: 20px;">→ Uso de reagente dentro do prazo de validade: ✓</p> <p style="text-align: right;">17</p>	<p style="text-align: center;">Exemplo Padronização do EDTA (0,01 mol/L)</p> <p>→ Avaliação da ação do operador durante o decorrer do ensaio:</p> <p style="margin-left: 20px;">→ Procedimento padronizado: ✓</p> <p style="margin-left: 20px;">→ Uso de reagente dentro do prazo de validade: ✓</p> <p style="margin-left: 20px;">→ Uso correto dos equipamentos segundo o manual: ✓</p> <p style="text-align: right;">17</p>																																								
<p style="text-align: center;">Exemplo Padronização do EDTA (0,01 mol/L)</p> <p>→ Avaliação da ação do operador durante o decorrer do ensaio:</p> <p style="margin-left: 20px;">→ Procedimento padronizado: ✓</p> <p style="margin-left: 20px;">→ Uso de reagente dentro do prazo de validade: ✓</p> <p style="margin-left: 20px;">→ Uso correto dos equipamentos segundo o manual: ✓</p> <p style="margin-left: 20px;">→ Atitude correta ao meniscar o balão: ✘</p> <p style="text-align: right;">17</p>	<p style="text-align: center;">Exemplo Padronização do EDTA (0,01 mol/L)</p> <p>→ Avaliação da ação do operador durante o decorrer do ensaio:</p> <p style="margin-left: 20px;">→ Procedimento padronizado: ✓</p> <p style="margin-left: 20px;">→ Uso de reagente dentro do prazo de validade: ✓</p> <p style="margin-left: 20px;">→ Uso correto dos equipamentos segundo o manual: ✓</p> <p style="margin-left: 20px;">→ Atitude correta ao meniscar o balão: ✘</p> <p style="margin-left: 20px;">→ Uso de proveta para transferir o padrão: ✘</p> <p style="text-align: right;">17</p>																																								

<p style="text-align: center;">Exemplo Padronização do EDTA (0,01 mol/L)</p> <p>Conclusão:</p> <p>Por mais que os valor médio tenham se aproximado do esperado, visto claramente no percentual de erro (menor que 5%), não podemos concluir que foi um ensaio confiável por conta das atitudes negativas realizadas pelo operador.</p> <p style="text-align: center;">- Confiabilidade e Reprodutibilidade</p> <p style="text-align: right;">18</p>	<p style="text-align: center;">Exemplo Padronização do EDTA (0,01 mol/L)</p> <p>Conclusão:</p> <p>Por mais que os valor médio tenham se aproximado do esperado, visto claramente no percentual de erro (menor que 5%), não podemos concluir que foi um ensaio confiável por conta das atitudes negativas realizadas pelo operador.</p> <p style="text-align: center;"> - Confiabilidade e Reprodutibilidade</p> <p style="text-align: right;">18</p>
---	--

<p style="text-align: center;">Referencias:</p> <p>SKOOG, D. M.; WEST, F. J.; STANLEY, R. C. Fundamentos da química analítica. Editora Thomson, ed 8, 2013.</p> <p>HARRIS, D. C. Análise Química Quantitativa. Editora LTC, ed 7, 2008</p> <p>MARTINS, G. A. Estatística geral e aplicada. Editora Atlas, ed 3, 2010.</p> <p>ORGANIZATION FOR ECONOMIC CO-OPERATION AND DEVELOPMENT. Series on principles of good laboratory practice and compliance monitoring. Paris, 1998</p> <p style="text-align: right;">19</p>
--

APÊNDICE D – ESTUDOS DE CASO

ESTUDO DE CASO N° 1: Quantificação do Cloreto de Sódio em Amostra de Soro Fisiológico

A analista de um laboratório do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio de Janeiro, campus Duque de Caxias, recebeu uma amostra de soro fisiológico fabricado pela SaúdeMil em 01/09/2019. Com todos os EPI's, a mesma iniciou o procedimento experimental (POP 001) após separar as vidrarias, as soluções necessárias (Tabela 1) e a verificação da integridade da solução padrão de NaCl 0,01N, previamente preparada.

Realizou-se as seguintes etapas:

- Transferência de 5 mL da amostra para o Erlenmeyer com o auxílio de uma proveta;
- Adição de uma ponta de espátula de carbonato de cálcio P.A;
- Acréscimo de 5 mL da solução de dextrina 2% (v/v) com o uso de uma pipeta graduada;
- Adição de 10 gotas de fluoresceína 0,1% (v/v) e com uma proveta, acrescentou 10 mL de água deionizada;
- Titulação usando o nitrato de prata 0,01N;
- Repetiu 3 vezes as etapas citadas acima, porém, substituiu a amostra por 5 mL do padrão de NaCl 0,01N, previamente preparado, no intuito de padronizar a solução titulante;

Por fim, anotou os volumes (mL) do AgNO_3 0,01N consumido em cada titulação. Com base nas Equações 1 e 2 (POP 001), calculou-se o teor de cloreto de sódio (% m/v) de cada amostra (Tabela 2).

Dados:

Rótulo do Produto: Indica que há 0,92% (m/v) de Cloreto de Sódio no soro.

Tabela 1 – Reagentes e Soluções utilizadas.

Solução/Reagentes	Marca	Validade
Nitrato de Prata 0,01N	QualiQuimica	01/05/2020
Dextrina 2% (v/v)	ProQuim	30/04/2022
Carbonato de Cálcio P.A	MerQui	30/06/2022
Fluoresceína 0,1% (m/v)	ProQuim	01/05/2021

Tabela 2 – Teor de cloreto de sódio calculado com base no volume de nitrato de prata consumido nas titulações de amostra de soro fisiológico.

Ensaio	NaCl (%m/v)
1	0,90
2	1,08
3	0,81
4	0,90
5	0,99
6	1,16

7	0,72
8	0,84
9	0,67
10	0,91

Agora é sua vez:

A) Utilizando os resultados apresentados na Tabela 2, calcule a média, o desvio padrão e o coeficiente de variação.

Média: _____.

Desvio Padrão: _____.

Coeficiente de Variação: _____.

Erro: _____.

B) De acordo com a média, o desvio padrão, o coeficiente de variação e o erro percentual, pode-se dizer que o ensaio foi reprodutivo e confiável?

() Sim.

() Não.

C) As afirmativas abaixo discorrem sobre os fatores que influenciaram positivamente ou negativamente no resultado estatístico final. Marque **verdadeiro (V)** para a(s) afirmativa(s) que julgar correta(s) ou **falso (F)** para a(s) afirmativa(s) que julgar errada(s).

O uso de reagentes e soluções dentro do prazo de validade contribuiu para a confiabilidade dos resultados obtidos.

De acordo com o procedimento (POP 001), a operadora deveria ter utilizado uma balança analítica para pesar 0,5 g de carbonato de cálcio.

A utilização de uma proveta para retirar uma alíquota da amostra e do padrão não influenciou nos resultados estatísticos obtidos.

Utilizar itens de segurança são necessários para evitar o contato do operador com a amostra e ao mesmo tempo resguardar a vida do próprio.

Ao acrescentar a água deionizada, o operador deveria ter utilizado uma pipeta graduada ao invés de uma proveta.

O operador deveria ter se certificado se as vidrarias estavam bem limpas ao separá-las.

ESTUDO DE CASO N° 2: Teor de Cálcio no Leite em Pó

No laboratório de controle de laticínios IFRJ, um operador recebeu uma amostra de leite em pó da marca Fazendas Tio João em 03/10/19. Iniciou o trabalho separando as vidrarias, certificando-se da limpeza das mesmas e conferindo as soluções necessárias (Tabela 1) e o padrão de carbonato de cálcio 0,1M, anteriormente preparado.

Realizou-se o procedimento experimental (POP 002), seguindo as etapas descritas abaixo:

- Preenchimento da bureta com a solução de EDTA 0,1M;
- Pesou cerca de 5 g de leite em pó em dez Erlenmeyers, não deixando variar mais que 0,1 g na balança, e dissolveu em água deionizada;
- Acrescentou 15,0 mL de solução tampão com o auxílio de uma pipeta graduada. Em seguida, mediu o pH e adicionou 6 gotas do indicador negro de Eriocromo T;
- Realizou-se a titulação das amostras preparadas no Erlenmeyers;
- Em outros 3 Erlenmeyers, pipetou 5,00 mL da solução padrão de carbonato de cálcio, acrescentou a solução tampão e o indicador para realizar a padronização da solução titulante;
- A titulação do “branco” foi realizada em triplicata, na qual a amostra foi substituída por 10 mL de água deionizada.

Ao final de cada ensaio, anotou-se o volume de EDTA consumido durante as titulações da amostra e do branco, como também, da padronização. Com base nas Equações 1 e 2 (POP 002), calculou-se o teor de cálcio contidas nas amostras de leite em pó (Tabela 2)

Dados:

Indicação do rótulo do produto: 256,2 mg de cálcio em 26 g de leite em pó.

Tabela 1 – Reagentes e Soluções utilizadas.

Reagentes/Solução	Marca	Validade
EDTA 0,1M	QuimLab	30/02/2021
Tampão Amoniacal	SóQuímica	30/10/2020
Negro Eriocromo T	QuimLab	30/02/2019

Tabela 2 – Teor de cálcio calculado com base no volume de EDTA consumido nas titulações de amostra de leite em pó.

Ensaio	mg de cálcio em 26g de leite em pó
1	196,5
2	243,5
3	257,5
4	248,8
5	215,2
6	198,9
7	239,5
8	183,8
9	244,8
10	239,2

Agora é sua vez:

A) Com base nos resultados apresentados na Tabela 2 e nos seus conhecimentos, calcule a média, o desvio padrão e o coeficiente de variação.

Média: _____.

Desvio Padrão: _____.

Coeficiente de Variação: _____.

B) De acordo com os valores encontrados, pode-se dizer que o ensaio foi reprodutivo e confiável?

() Sim.

() Não.

C) As afirmativas abaixo discorrem sobre os fatores que influenciaram positivamente ou negativamente no resultado estatístico final. Marque **verdadeiro (V)** para a(s) afirmativa(s) que julgar correta(s) ou **falso (F)** para a(s) afirmativa(s) que julgar errada(s).

A presença de um procedimento operacional padrão (POP 002) influencia positivamente na confiabilidade do ensaio, uma vez que, o mesmo é bem referenciado e estudado antes de sua implementação.

O operador agiu corretamente ao verificar o pH, uma vez que, o controle do pH para este procedimento, afeta totalmente o resultado final obtido.

Certificar-se que as vidrarias estão limpas ao iniciar um ensaio é de extrema importância, uma vez que, diminui as chances de contaminação das soluções.

A não utilização de EPI's pelo operador, não interfere na confiabilidade do ensaio realizado.

O operador cometeu um erro ao utilizar um indicador fora do prazo de validade, pondo em risco a confiabilidade de todo o ensaio.

Ao pipetar a solução diretamente do frasco e sem ambientalizar a pipeta, o operador pode está contaminando a solução padrão.

ESTUDO DE CASO N° 3: Análise de Amostra de Água Oxigenada Comercial

Um discente do IFRJ-CDuC recebeu uma amostra comercial de água oxigenada da marca FarLab em 04/10/19 com o objetivo de quantificar a presença dessa substância na amostra. Foi utilizado para a análise desta amostra um procedimento experimental encontrado em uma gaveta de material de escritório do laboratório. Assim, separou as vidrarias e os reagentes necessários (Tabela 1). Em seguida, realizou a limpeza das vidrarias e, com o uso dos EPI's adequados, iniciou-se o procedimento experimental, como descrito abaixo:

- Rinsou a bureta com a solução de permanganato de potássio 0,1 eq/L, previamente padronizada e, em seguida, preencheu a bureta com essa solução.
- Rinsou a pipeta volumétrica. Em seguida, transferiu 25,00 mL da amostra comercial, 20 mL de água deionizada e 20 mL do ácido sulfúrico 20% (%m/v) para os erlenmeyers;
- Realizou-se a titulação até o aparecimento de uma coloração rosa pálida;
- Para realizar a titulação do "branco", em triplicata, substituiu-se 25 mL de amostra por 25 mL de água deionizada.

Ao final de cada titulação, anotou-se o volume de permanganato de potássio consumido durante as titulações da amostra e do branco, como também, da padronização. Com base, no fator de correção presente no rótulo do frasco da solução titulante e nos conhecimentos do analista em química analítica, calculou-se as concentrações de água oxigenada contida nas amostras (Tabela 2).

Dados:

Indicação do rótulo do produto: 3,5 %(m/v) de H₂O₂ na amostra.

Tabela 2 – Soluções e Reagentes utilizados.

Reagentes/Soluções	Marca	Validade
KMnO ₄ 0,1 eq/L	QuimLab	30/07/2019
Ácido Sulfúrico 20%	SóQuímica	30/10/2020

Tabela 2 – Concentração de peróxido de hidrogênio calculado com base no volume de permanganato de potássio consumido nas titulações de amostra de água oxigenada comercial.

Ensaio	H ₂ O ₂ (% m/v)
1	4,23
2	4,33
3	4,25
4	4,36
5	4,21
6	4,25
7	4,29
8	4,29

9	4,24
10	4,31

Agora é sua vez:

A) Com base nos seus conhecimentos e nos resultados apresentados na Tabela 2, calcule a média, o desvio padrão e o coeficiente de variação.

Média: _____.

Desvio Padrão: _____.

Coeficiente de Variação: _____.

B) De acordo com os valores encontrados acima, pode-se dizer que o ensaio foi reprodutivo e confiável?

() Sim.

() Não.

C) As afirmativas abaixo discorrem sobre os fatores que influenciaram positivamente ou negativamente no resultado estatístico final. Marque **verdadeiro (V)** para a(s) afirmativa(s) que julgar correta(s) ou **falso (F)** para a(s) afirmativa(s) que julgar errada(s).

A atitude do operador em rinsar as vidrarias com a solução ou amostra antes do uso, contribuiu para diminuição de erros durante o decorrer da análise.

Se o coeficiente de variação não ultrapassar 10%, já é possível dizer que o ensaio foi confiável e reprodutivo.

A não existência de um procedimento operacional padronizado não influencia na confiabilidade do método.

Verificar a limpeza das vidrarias não é necessário, pois qualquer contaminação presente não causará uma diferença significativa no resultado final.

Mesmo que levando em consideração o fator de correção da solução titulante, foi um erro utilizá-la fora do prazo de validade, uma vez que, não há garantias que a mesma tem a real concentração de quando foi padronizada.

É possível discordar dos cálculos realizadas pelo operador, uma vez que não foram explicitados e não há presença de fórmulas padronizada no procedimento utilizado.