



# 1º Encontro Técnico Vidreiro da ABCERAM

***CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DE VIDROS  
E MATÉRIAS-PRIMAS VIDREIRAS***

***MARCOS GIBIM***

***18 e 19/10/2016***



**1.222**  
funcionários

**verallia**



Estância - SE



**732 milhões**  
garrafas e potes  
produzidos em 2015



**1** centro técnico e de  
desenvolvimento de  
produto



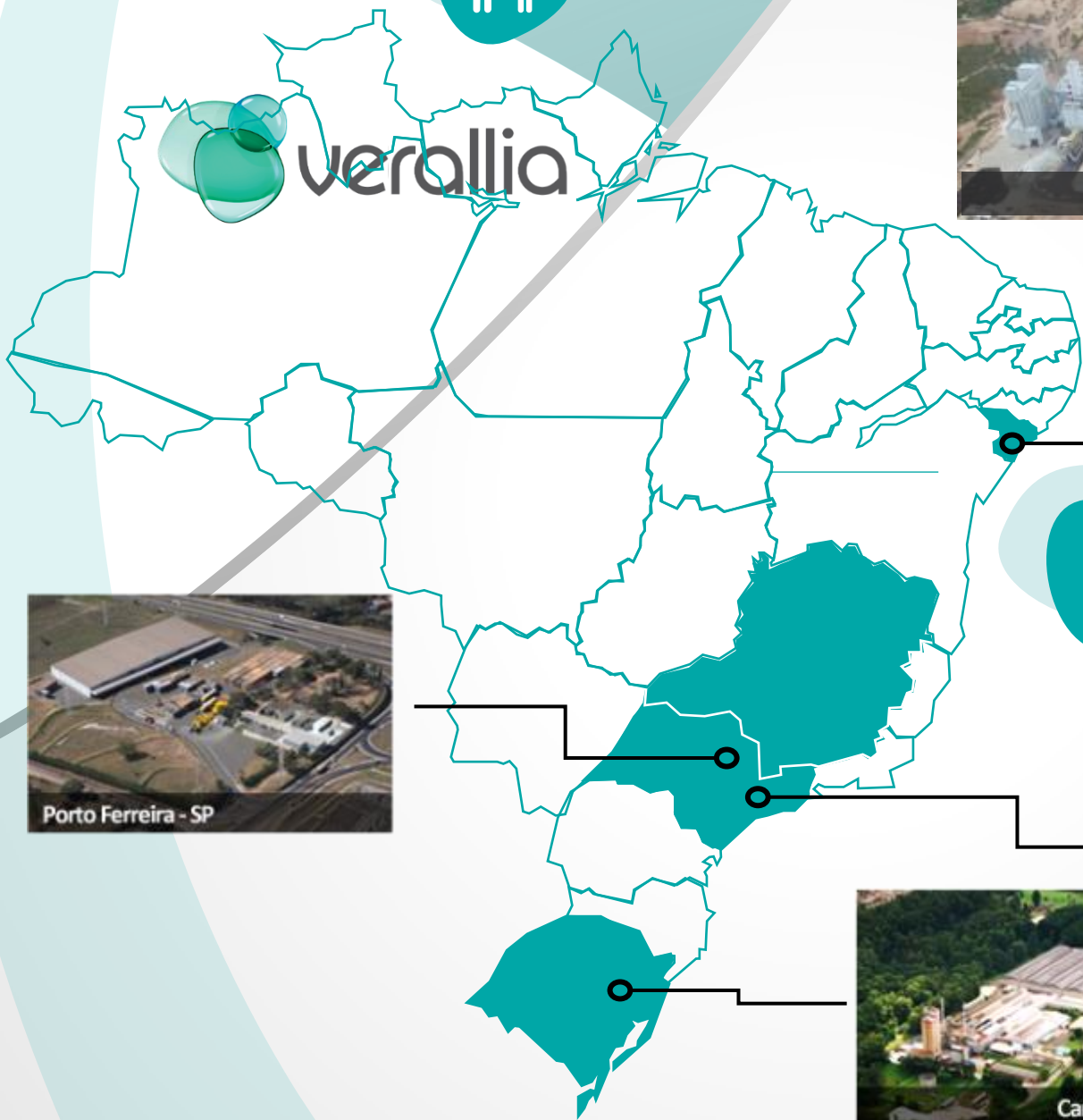
Porto Ferreira - SP



Água Branca - SP



Campo Bom - RS



# QUÍMICA ANALÍTICA

1

## Qualitativa

Determina quais elementos estão presentes no material

2

## Quantitativa

Determina a concentração dos elementos de interesse no material

3

## Semiquantitativa

Estima a concentração dos elementos presentes no material



## Análise quantitativa

- Métodos estequiométricos
- Métodos não estequiométricos

# PROCEDIMENTOS GERAIS DE UMA ANÁLISE QUÍMICA



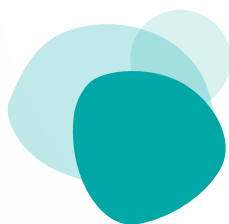
**Amostragem**



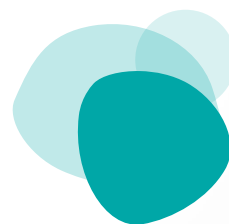
**Escolha do método  
analítico**



**Preparação da  
amostra**



**Medição**



**Expressão de  
resultados**



- **Aleatória**
- **Sistemática**
- **Estratificada**

**O plano de amostragem escolhido deve ser adequado às características do material e não há técnica analítica que corrija uma amostragem mal feita.**

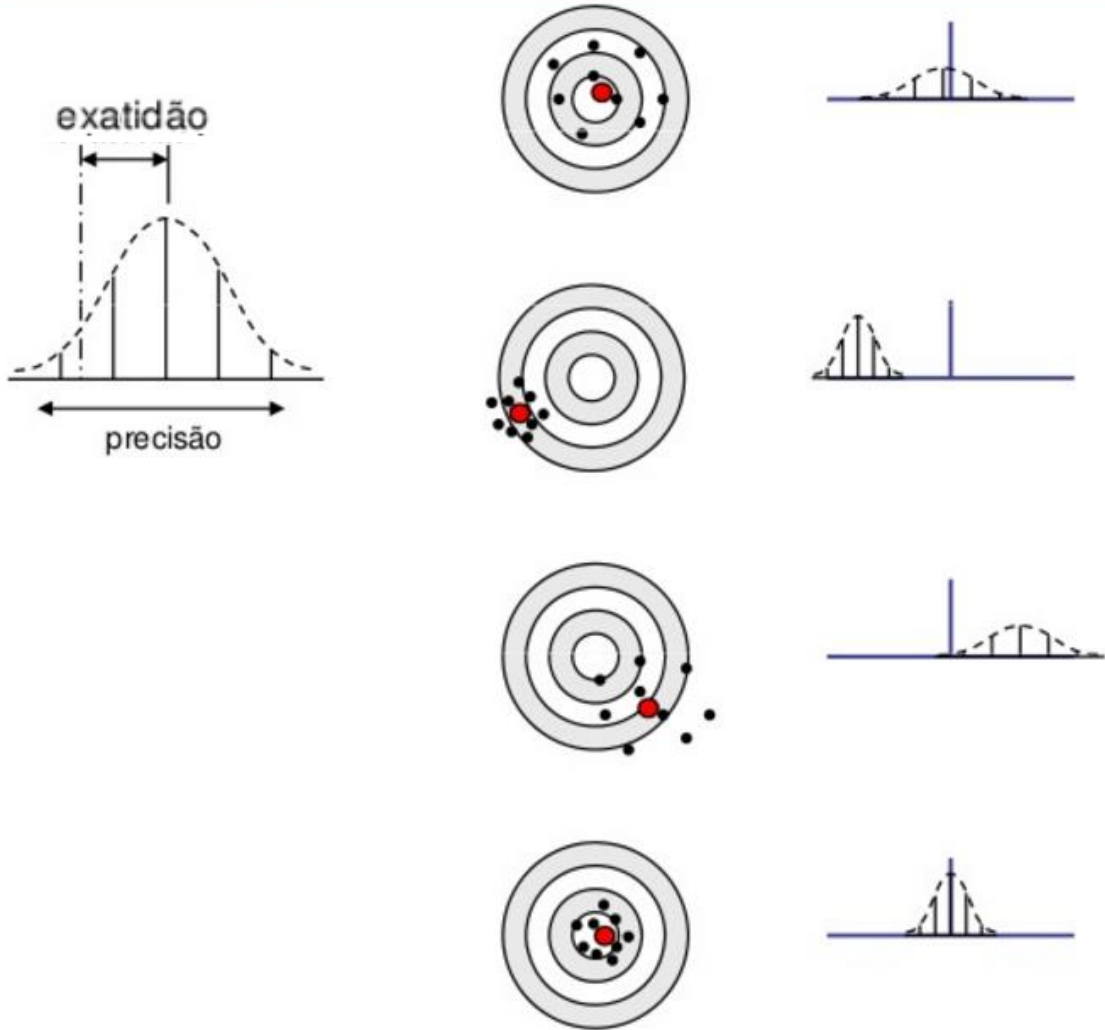
# ESCOLHA DO MÉTODO ANALÍTICO



- Quantidade de amostra disponível
- Quantidade relativa do elemento de interesse
- Exatidão e precisão requeridas
- Composição química da amostra
- Número de amostras a analisar
- Recursos e tempo disponíveis
- Custo envolvido

## MEDIÇÃO

# PRECISÃO E EXATIDÃO

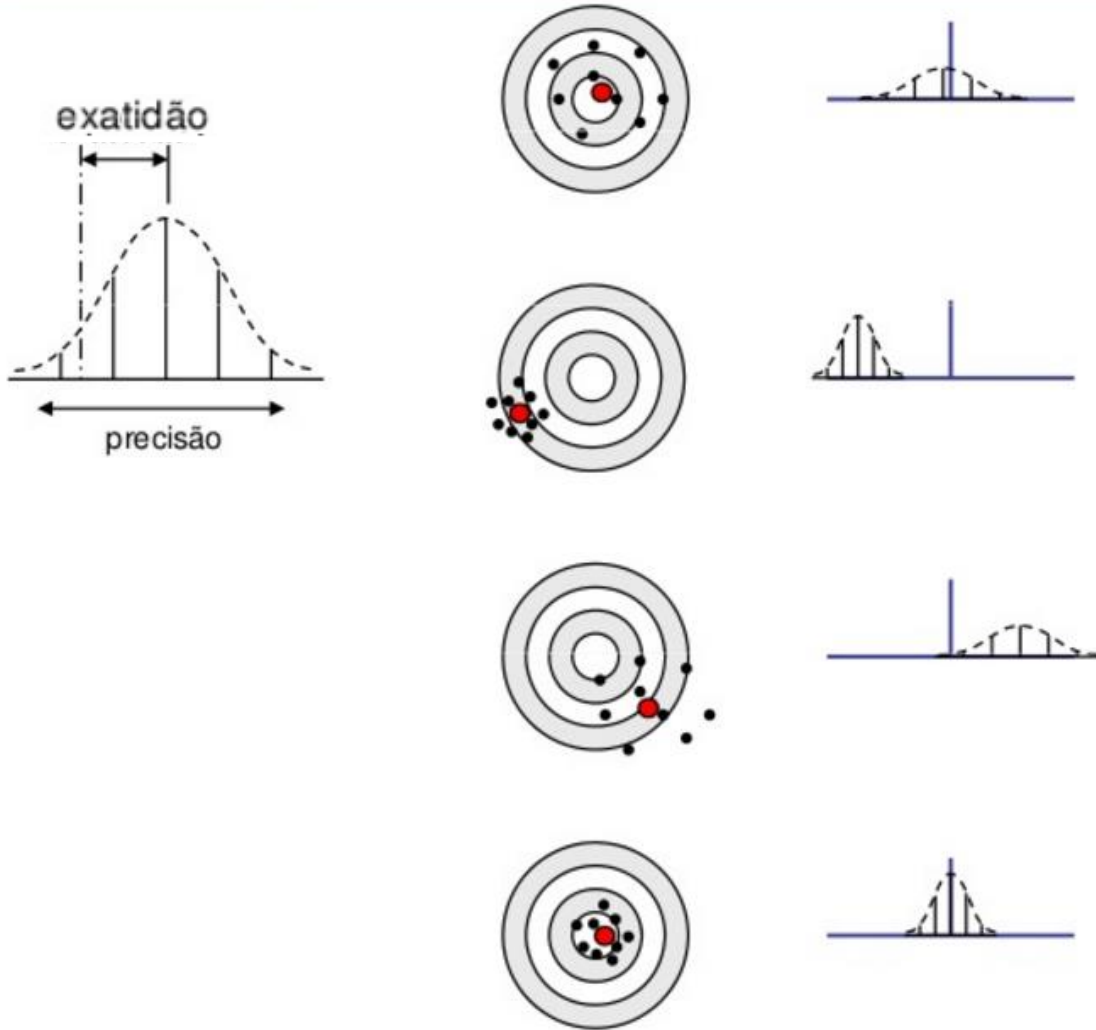


Precisão	Exatidão

Fonte: <http://pt.slideshare.net/dougbr/9-circuitos-eletronicos-de-instrumentacao> – autor: Prof Dr. Douglas Bressan Riffel – UFS 2009



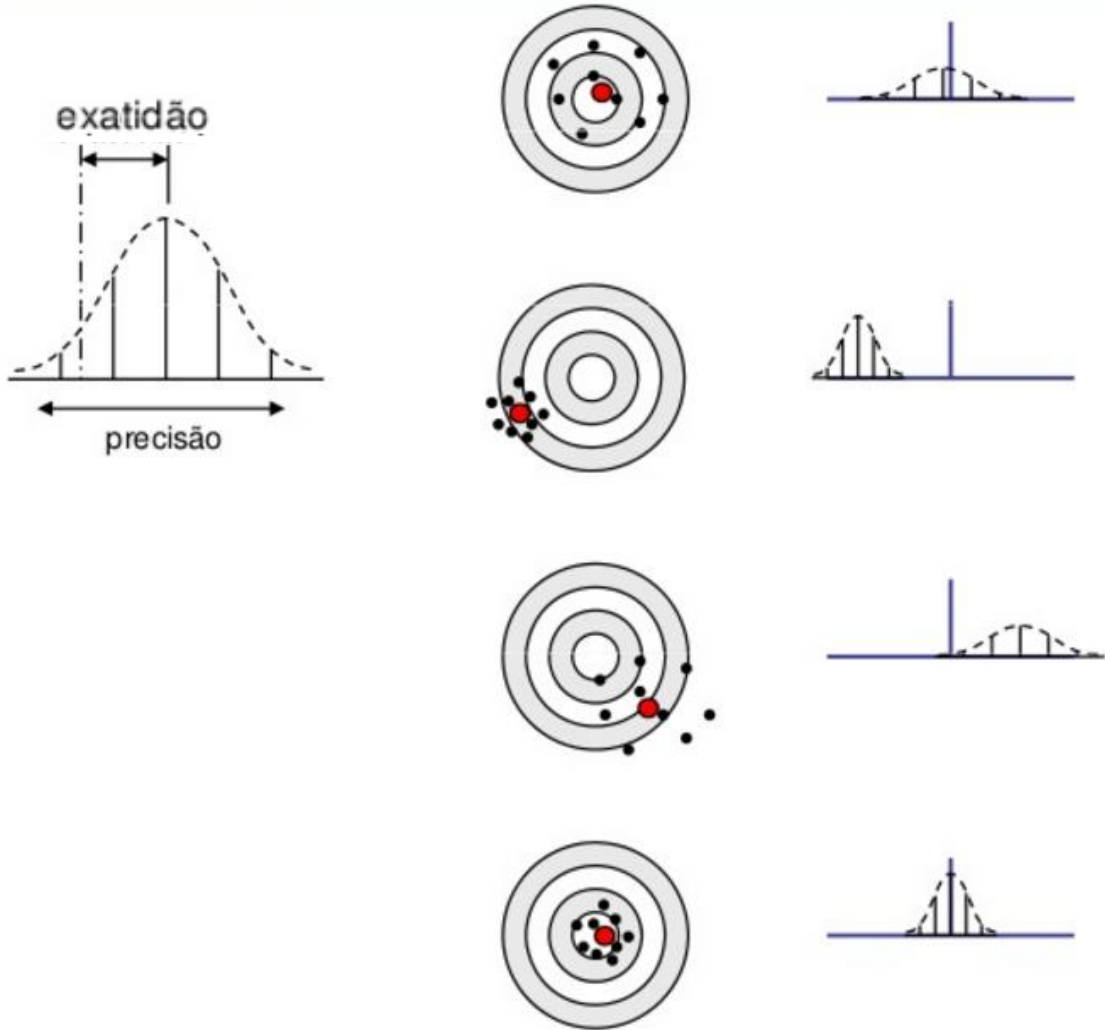
# PRECISÃO E EXATIDÃO



Precisão	Exatidão
↓	↑

Fonte: <http://pt.slideshare.net/dougbr/9-circuitos-eletronicos-de-instrumentacao> – autor: Prof Dr. Douglas Bressan Riffel – UFS 2009

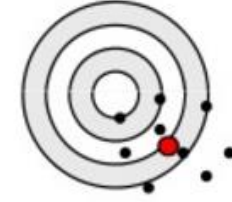
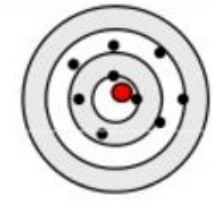
# PRECISÃO E EXATIDÃO



Precisão	Exatidão
↓	↑
↑	↓
↓	↓
↑	↑

Fonte: <http://pt.slideshare.net/dougbr/9-circuitos-eletronicos-de-instrumentacao> – autor: Prof Dr. Douglas Bressan Riffel – UFS 2009

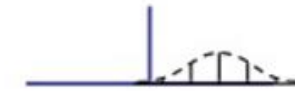
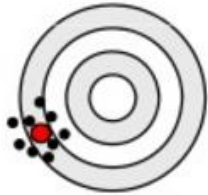
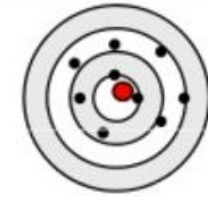
# PRECISÃO E EXATIDÃO



Precisão	Exatidão
↓	↑
↑	↓
↓	↓
↑	↓

Fonte: <http://pt.slideshare.net/dougbr/9-circuitos-eletronicos-de-instrumentao> – autor: Prof Dr. Douglas Bressan Riffel – UFS 2009

# PRECISÃO E EXATIDÃO



Precisão	Exatidão
↓	↑
↑	↓
↓	↓
↑	↑

Fonte: <http://pt.slideshare.net/dougbr/9-circuitos-eletronicos-de-instrumentacao> – autor: Prof Dr. Douglas Bressan Riffel – UFS 2009

# PREPARAÇÃO DA AMOSTRA

- Moagem
- Prensagem
- Fusão
- Desbaste e polimento

Considerar que o processo de moagem contamina a amostra.

Ex.: moinhos com revestimento de W contamina as amostras com W e Co.

# EXPRESSÃO DOS RESULTADOS ANALÍTICOS

- Reflete a precisão da medida
- Em caso de análise instrumental, deve representar a menor precisão dentre os padrões utilizados para calibração.

# APLICAÇÕES DESTAS PRÁTICAS NO LABORATÓRIO DO CETEV

O trabalho é orientado por 4 pontos principais:

- Representatividade da alíquota analisada
- Precisão analítica
- Exatidão analítica
- Análise crítica do resultado

## Representatividade da alíquota analisada

- Todas as alíquotas são quarteadas (manual, calha ou rotativo)
- Redução no tamanho das partículas quando necessário
- Quando não há condições de manutenção da representatividade na alíquota, trabalhamos com massa total da amostra (PF do vidro caco e determinação de solúveis da composição)



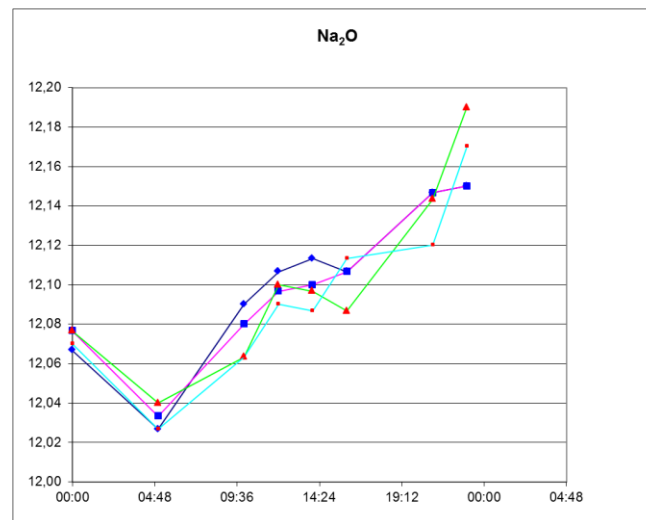
# APLICAÇÕES DESTAS PRÁTICAS NO LABORATÓRIO DO CETEV

## Precisão analítica

- Estudos para avaliação da precisão analítica em cada etapa do procedimento
- Amostras de controle para validação de resultados
- Equipamentos com manutenção preventiva e verificação de performance efetuada pela assistência técnica do fabricante

Estimativa das variâncias (para 95% de confiança)

Óxido	Média	Medida	Amostragem	Processo
Na <sub>2</sub> O	12,10	0,026	0,012	0,080
MgO	0,20	0,006	0,006	0,032
K <sub>2</sub> O	0,12	0,005	0,007	0,019
BaO	0,03	0,003	0,003	0,013
SiO <sub>2</sub>	74,59	0,027	0,016	0,032



# APLICAÇÕES DESTAS PRÁTICAS NO LABORATÓRIO DO CETEV

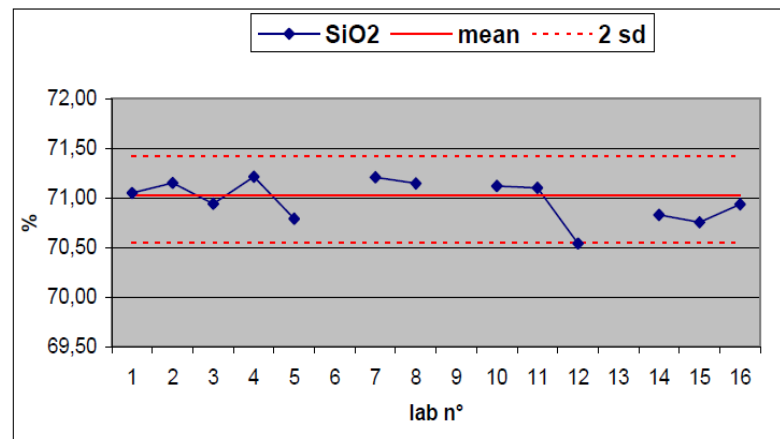
## Exatidão analítica

- Utilização de Materiais de Referência Certificados
- Participação em programas interlaboratoriais de proficiência
- Utilização de procedimentos analíticos primários de via úmida para verificação de resultados instrumentais

### 16 laboratórios especializados em análise de vidros (4 participam ICG)

- Lab n° 1 - CETEV
- Lab - Aniche
- Lab - Arbos
- Lab - **Aubervilliers**
- Lab - Auvelais
- Lab - **Avilés**
- Lab - Chantereine
- Lab - Chennai
- Lab - Cuautla
- Lab - **Gunsan**
- Lab - **Herzogenrath**
- Lab - Mannheim
- Lab - Porz
- Lab - Pisa
- Lab - Nanjing
- Lab - Santa Iria

lab n°	SiO2
1	71,05
2	71,15
3	70,94
4	71,21
5	70,79
6	
7	71,21
8	71,15
9	
10	71,12
11	71,10
12	70,54
13	
14	70,83
15	70,75
16	70,93
mean	70,98
sd	0,22
%rsd	0,31



# APLICAÇÕES DESTAS PRÁTICAS NO LABORATÓRIO DO CETEV

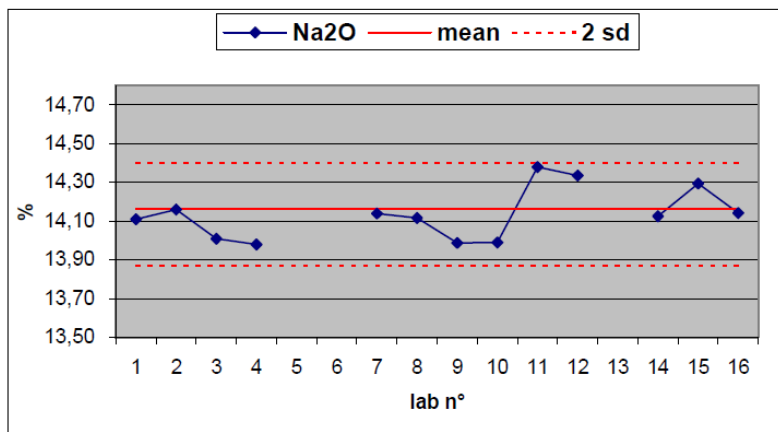
## Exatidão analítica

- Utilização de Materiais de Referência Certificados
- Participação em programas interlaboratoriais de proficiência
- Utilização de procedimentos analíticos primários de via úmida para verificação de resultados instrumentais

### 16 laboratórios especializados em análise de vidros (4 participam ICG)

- Lab n° 1 - CETEV
- Lab - Aniche
- Lab - Arbos
- Lab - **Aubervilliers**
- Lab - Auvelais
- Lab - **Avilés**
- Lab - Chantereine
- Lab - Chennai
- Lab - Cuautla
- Lab - **Gunsan**
- Lab - **Herzogenrath**
- Lab - Mannheim
- Lab - Porz
- Lab - Pisa
- Lab - Nanjing
- Lab - Santa Iria

lab n°	Na2O
1	14,11
2	14,16
3	14,01
4	13,98
5	
6	
7	14,14
8	14,12
9	13,99
10	13,99
11	14,38
12	14,34
13	
14	14,13
15	14,29
16	14,14
mean	14,14
sd	0,13
%rsd	0,93



## Análise crítica do resultado

- Avaliar os resultados obtidos
- Avaliar causas de desvios

# OBRIGADO