



LIMPEZA E PREPARAÇÃO DE VIDRARIAS PARA ANÁLISE DE COMPOSTOS ORGÂNICOS

Jéssica Alessandra da Silva Moura, Gilvan Takeshi Yogui

Para fins de referência, este documento pode ser citado como:

Moura, J.A.S.; Yogui, G.T. 2012. Limpeza e preparação de vidrarias para análise de compostos orgânicos. Procedimento Operacional Padrão OrganoMAR-2012-05, Revisão nº 1. Laboratório de Compostos Orgânicos em Ecossistemas Costeiros e Marinhos, Departamento de Oceanografia, Universidade Federal de Pernambuco, 6p.

Os protocolos do OrganoMAR estão disponíveis na internet através do site
www.ufpe.br/organomar (clique em Publicações → Protocolos)



1 PROPÓSITO

- 1.1 Este documento descreve procedimentos empregados na limpeza e preparação da vidraria antes de sua utilização na análise de compostos orgânicos em laboratório. Tais procedimentos são rotineiramente utilizados no âmbito do Laboratório de Compostos Orgânicos em Ecossistemas Costeiros e Marinhos (OrganoMAR) do Departamento de Oceanografia (DOCEAN) da Universidade Federal de Pernambuco (UFPE).

2 SUMÁRIO DO PROCEDIMENTO

- 2.1 Antes de lavar a vidraria, é preparada a solução do microdetergente (Extran Alcalino) dependendo do grau de contaminação do material a ser limpo. As vidrarias são imersas nesta solução onde permanecem de molho por um determinado tempo. Em seguida são enxaguadas com água da torneira e depois com água destilada. Por fim, a vidraria é deixada para secar e, em seguida, guardada. O processo de secagem depende do tipo de vidraria, pois o material volumétrico precisa de cuidados especiais, secando a temperatura ambiente. As demais vidrarias secam em estufa e depois são mufladas em forno. Antes de ser usada no laboratório, a vidraria volumétrica (ou qualquer outro material não muflado) deve ser lavada com solventes orgânicos de diferentes polaridades.

3 REAGENTES, SOLVENTES, VIDRARIA, MATERIAIS E EQUIPAMENTOS

3.1 Reagentes e solventes

- 3.1.1 Microdetergente (Extran MA 01 Alcalino, Merck cód. 107555 ou equivalente)
- 3.1.2 Água corrente
- 3.1.3 Água destilada
- 3.1.4 Diclorometano (CAS: 75-09-2; qualidade: UltimAR ou equivalente; Dichloromethane, Mallinckrodt Chemicals cód. H485 ou equivalente)
- 3.1.5 n-Hexano (CAS: 110-54-3; qualidade: UltimAR ou equivalente; Hexanes 95% n-hexane, Mallinckrodt Chemicals cód. H487 ou equivalente)

3.2 Listagem de vidrarias

- 3.2.1 Proveta de 1000 mL

3.3 Listagem de materiais

- 3.3.1 Cuba de aço inoxidável com tampa (80 cm de comprimento, 40 cm de largura e 20 cm de profundidade)



3.3.2 Esponja

3.3.3 Escova de laboratório (vários tamanhos)

3.3.4 Papel alumínio

3.4 Equipamentos

3.4.1 Destilador de água (Tecnal, modelo TE-1782 ou equivalente)

3.4.2 Estufa de secagem e esterilização 250 litros (SP Labor, modelo SP-100/250 ou equivalente)

3.4.3 Forno mufla (SP Labor, modelo SP 1200 ou equivalente)

4 PROCEDIMENTOS DE LABORATÓRIO

4.1 Preparação da solução de microdetergente

4.1.1 A solução do microdetergente (Extran MA 01 Alcalino) é preparada de acordo com o grau de contaminação do material a ser limpo. Para sujeira normal a solução deve ser preparada a 2%, para sujeira acentuada a 5% e para sujeira persistente até 20%.

4.1.1.1 A solução utilizada com mais frequência no laboratório possui 2% de microdetergente em 30 L de solução.

4.1.1.2 A partir de uma regra de três simples é possível calcular a quantidade do microdetergente a ser adicionada na água para obter a concentração descrita no item 4.1.1.1 deste protocolo. A regra de três é a seguinte: 30 L está para 100%, assim como x L está para 2%. Este cálculo resulta em um valor de $x = 0,6 \text{ L} = 600 \text{ mL}$.

4.1.1.3 A cuba de aço inoxidável possui marcação nas laterais internas que indicam a marca de 30 L. Assim, coloca-se 29,4 L de água da torneira dentro da cuba. Depois mede-se 600 mL de microdetergente em uma proveta de 1000 mL. Em seguida adiciona-se o microdetergente à água, lentamente e ao longo da extensão do recipiente, de forma que ele se dissolva facilmente na água. Depois agita-se vagarosamente a solução com as mãos para que esta fique homogênea.

4.1.1.4 Procedimento semelhante deve ser empregado na preparação de outras concentrações de microdetergente.

4.1.2 A solução pode ser reaproveitada algumas vezes, até mostrar sinais de sujeira, quando deve ser preparada uma nova. Ao preparar nova solução, deve-se anotar o nome do responsável, a concentração e a data em que foi feita, na ficha “Controle de Preparo da Solução de Microdetergente”, que se localiza fixa à parede, próxima à pia.



4.2 Produção de água destilada

4.2.1 A produção da água destilada que será utilizada no enxágue final da vidraria deve seguir os procedimentos descritos no protocolo pertinente (OrganoMAR-2012-04).

4.3 Lavagem da vidraria

4.3.1 A vidraria deve ser completamente imersa na solução do microdetergente, de forma que as paredes internas da mesma estejam em contato com a solução. O recipiente com a solução de microdetergente deve ser coberto com a tampa para impedir a deposição de partículas da atmosfera do laboratório. O tempo de imersão também vai depender do grau de sujeira da vidraria, indo de 2 horas até um dia inteiro (24 horas). Depois desse tempo verifica-se se a vidraria ainda apresenta algum sinal de contaminação, como manchas nas paredes, principalmente as internas. Se isso ocorrer deve-se usar a esponja ou uma escova de laboratório que melhor se adapte a vidraria, podendo dobrar o cabo da mesma se necessário, esfregando até que a mancha saia totalmente.

4.3.1.1 Ao colocar a vidraria de molho no microdetergente deve ser anotado o nome do responsável, a data e o horário de entrada na ficha “Controle de Lavagem da Vidraria”. Após o período de molho, anota-se o nome do responsável, a data e o horário de saída da vidraria na mesma ficha, localizada fixa à parede, próxima à pia.

4.3.2 O enxague é feito primeiramente com água corrente da torneira. Coloca-se uma quantidade de água corrente de cerca de um terço do volume da vidraria, agitando-a para cima e para baixo algumas vezes, de forma que a água passe por todas as paredes internas. Este procedimento deve ser repetido por, no mínimo, 3 vezes. O enxague é feito mais vezes quando necessário.

4.3.3 Depois disso o enxague é feito com água destilada, seguindo o mesmo procedimento descrito no item 4.3.2.

4.4 Secagem da vidraria

4.4.1 Secagem da vidraria volumétrica

4.4.1.1 A secagem da vidraria volumétrica é feita em temperatura ambiente (para evitar a dilatação do material e possível perda de aferição de volume).

4.4.1.2 A vidraria deve ser deixada em um local limpo e coberta por papel alumínio durante o tempo necessário para que fique seca.

4.4.1.3 Após a secagem completa, a vidraria deve ser embrulhada com papel alumínio de maneira que as paredes internas não sejam expostas à contaminação por partículas atmosféricas. Em seguida, a vidraria é guardada em local apropriado onde fique protegida do calor e contaminação.

4.4.2 Secagem da vidraria comum



- 4.4.2.1** A vidraria comum (isto é, não volumétrica) é seca em estufa de secagem e esterilização a aproximadamente 60 °C. O processo de secagem é realizado por cerca de 24 horas ou o tempo necessário para que a vidraria fique seca.
- 4.4.2.1.1** Material não resistente a temperatura de 60 °C (ex.: plástico) não deve ser colocado para secar dentro da estufa em hipótese alguma.
- 4.4.2.1.2** Ao ser ligada, a estufa deve ser ajustada na marca amarela do termostato, que corresponde a aproximadamente 60 °C (temperatura adequada para secagem da vidraria).
- 4.4.2.2** O horário, a data e o nome da pessoa responsável pela colocação da vidraria na estufa devem ser anotados na coluna “Entrada” da ficha “Controle de Utilização da Estufa de Secagem”, que se localiza fixa à porta da mesma. Quando a vidraria for retirada da estufa, o nome do responsável, a data e o horário de saída da vidraria também devem ser anotados na coluna “Saída” da mesma ficha.
- 4.4.2.3** Após a secagem, a vidraria comum deve ser embrulhada com papel alumínio de maneira que as paredes internas não sejam expostas à contaminação por partículas atmosféricas. O papel alumínio deve cobrir também, quando presente, a parte do vidro esmerilhado (parte opaca da vidraria que se encaixa a outras vidrarias). Em seguida, a vidraria comum deve ser muflada conforme procedimento descrito no item 4.5 deste protocolo.
- 4.5** Aquecimento da vidraria comum em forno mufla
- 4.5.1** A vidraria comum é muflada em forno mufla a 450 °C por 4 horas. Deve-se começar a contar o tempo apenas quando o forno estiver exatamente a 450 °C, pois este leva cerca de 40 minutos para chegar à temperatura desejada.
- 4.5.1.1** Material não resistente a temperatura de 450 °C (ex.: torneira de Teflon) não deve ser muflado em hipótese alguma.
- 4.5.1.2** Ao ligar a mufla deve ser verificado se a mesma está programada para chegar aos 450 °C. Esta informação está exposta no display do equipamento. O número na cor verde representa a temperatura programada, enquanto o número na cor vermelha indica a temperatura atual do forno. Se a temperatura programada (verde) for diferente de 450 °C, a mufla deve ser reajustada utilizando o teclado abaixo do visor. As setas para cima (▲) ou para baixo (▼) devem ser usadas para programar a temperatura do forno mufla.
- 4.5.1.3** O horário, a data e o nome da pessoa responsável pela colocação da vidraria no forno devem ser anotados na coluna “Entrada” da ficha “Controle de Utilização do Forno Mufla”, que se localiza fixa na parede próxima ao forno. Quando a vidraria for retirada, o nome do responsável, a data e o horário de saída da vidraria também devem ser anotados na coluna “Saída” da mesma ficha.



- 4.5.2** Ao final do processo deve-se aguardar o forno mufla voltar à temperatura ambiente. A porta do forno pode ser deixada aberta para diminuir o tempo de resfriamento. Em seguida, a vidraria é guardada em local apropriado onde fique protegida do calor e contaminação.
- 4.6** Lavagem da vidraria volumétrica com solventes orgânicos
- 4.6.1** Antes de ser empregada em qualquer procedimento de laboratório, a vidraria volumétrica (ou qualquer outro material não muflado) deve ser lavada com diclorometano e em seguida com n-hexano. Este procedimento de lavagem com solventes de diferentes polaridades deve ser repetido duas vezes.
- 4.6.2** Não é necessário lavar a vidraria muflada com solventes orgânicos antes de empregá-la em procedimentos de laboratório.

5 LITERATURA RELEVANTE

- 5.1** Manual de instruções. Destilador de água modelo TE-1782. Tecnal Equipamentos para Laboratórios, 6p.
- 5.2** Manual do usuário. Estufa de secagem e esterilização 250 litros, modelo SP-100/250. SP Labor Equipamentos para Laboratórios, 3p.
- 5.3** Miranda, D.A.; Yogui, G.T. 2012. Procedimentos para utilização e manutenção do destilador de água. Procedimento Operacional Padrão OrganoMAR-2012-04, Revisão nº 1. Laboratório de Compostos Orgânicos em Ecossistemas Costeiros e Marinhos, Departamento de Oceanografia, Universidade Federal de Pernambuco, 6p.