

# Guia RELACRE

# 30

**BOAS PRÁTICAS DE UTILIZAÇÃO E**



**MANUTENÇÃO DE MATERIAL**



**VOLUMÉTRICO**





## **FICHA TÉCNICA**

TÍTULO:

**Guia RELACRE 30**

Boas Práticas de Utilização e Manutenção de  
Material Volumétrico

EDIÇÃO: RELACRE

ISBN:978-972-8574-45-1



# Guia RELACRE 30

EDIÇÃO: OUTUBRO 2018

BOAS PRÁTICAS DE UTILIZAÇÃO



E MANUTENÇÃO DE MATERIAL



VOLUMÉTRICO

COMISSÕES  
TÉCNICAS



RELACRE

ASSOCIAÇÃO DE LABORATÓRIOS  
ACREDITADOS DE PORTUGAL



Este documento foi elaborado pelo Grupo de Trabalho

## **VOLUME**

DA COMISSÃO SETORIAL RELACRE CSR04

## **METROLOGIA**

O conteúdo deste documento é da responsabilidade dos especialistas, membros da referida CSR, que colaboraram na sua elaboração.

É intenção da RELACRE proceder à revisão deste documento sempre que se revele oportuno.

Na elaboração da presente edição colaboraram:

Coordenador do GT7: Elsa Batista, IPQ

Colaboradores: Antonieta Costa, ISQ

Ana Caçador, EIA

Cristina Flores, INSA

Isabel Faria, NORMAX

Margarida Ponte, Laboratório Dr. Joaquim Chaves



**ÍNDICE**

<b>1</b>	<b>OBJETIVO E ÂMBITO</b>	<b>6</b>
<b>2</b>	<b>Referências</b>	<b>6</b>
<b>3</b>	<b>Definições</b>	<b>7</b>
3.1	Definições de carácter geral	7
3.2	Definições de carácter metrológico	7
<b>4</b>	<b>UTILIZAÇÃO</b>	<b>7</b>
4.1	<b>Instrumentos sem êmbolo</b>	<b>7</b>
4.1.1	Manuseamento do equipamento	7
4.1.2	Líquidos medidos	8
4.1.3	Ajuste do menisco	8
4.1.4	Tempos de espera	9
4.2	<b>Instrumentos com êmbolo</b>	<b>9</b>
4.2.1	Manuseamento do equipamento	9
4.2.2	Líquidos medidos	10
4.2.3	Acessórios	10
<b>5</b>	<b>Correção à temperatura de utilização</b>	<b>10</b>
<b>6</b>	<b>Segurança do operador</b>	<b>11</b>
<b>7</b>	<b>MANUTENÇÃO E LIMPEZA</b>	<b>11</b>
7.1	<b>Instrumentos sem êmbolo</b>	<b>11</b>
7.1.1	Armazenamento	11
7.1.2	Transporte	11
7.1.3	Limpeza	11
7.1.3.1	Agentes de limpeza de vidro	12
7.1.3.2	Procedimento de limpeza	12
7.1.4	Secagem	12
7.2	<b>Instrumentos com êmbolo</b>	<b>12</b>
7.2.1	Armazenamento	13
7.2.2	Transporte	13
7.2.3	Limpeza	13
7.2.4	Verificação de válvulas e tubos	13
7.2.5	Fugas	13
<b>8</b>	<b>VERIFICAÇÕES INTERMÉDIAS</b>	<b>13</b>
8.1	Periodicidade	14
<b>9</b>	<b>CONFIRMAÇÃO METROLÓGICA</b>	<b>14</b>

## 1 OBJETIVO E ÂMBITO

O material volumétrico utilizado nos laboratórios e indústria deve obedecer a alguns critérios de utilização e manutenção específicos de forma a manter as respectivas características metrológicas após calibração.

Este guia descreve alguns dos procedimentos utilizados na manutenção e utilização de material volumétrico, nos quais se incluem os instrumentos volumétricos de vidro e os instrumentos com êmbolo.

Podem estar envolvidos materiais, operações ou equipamentos perigosos, não se pretendendo enumerar todos os problemas de segurança associados ao uso. É da responsabilidade dos utilizadores consultar ou estabelecer métodos corretos no que se refere à segurança e à saúde, e determinar a aplicabilidade dos regulamentos limitativos do respetivo uso.

## 2 REFERÊNCIAS

NP EN ISO 3696 - Água para fins laboratoriais. Especificações e métodos de ensaio.

NP EN ISO 4787 - Vidraria de laboratório. Instrumentos volumétricos. Métodos para ensaio da capacidade e para utilização.

ISO 8655-1 - Piston-operated volumetric apparatus -- Part 1: Terminology, general requirements and user recommendations.

ISO 8655-2 - Piston-operated volumetric apparatus -- Part 2: Piston pipettes.

ISO 8655-3 - Piston-operated volumetric apparatus -- Part 3: Piston burettes.

ISO 8655-4 - Piston-operated volumetric apparatus -- Part 4: Dilutors.

ISO 8655-5 - Piston-operated volumetric apparatus -- Part 5: Dispensers.

ISO 8655-6 - Piston-operated volumetric apparatus -- Part 6: Gravimetric methods for the determination of measurement error.

ASTM E 542 - Standard practice for calibration of laboratory volumetric apparatus.

ASTM E 1157 - Standard specification for sampling and testing of reusable laboratory glassware.

VIM - Vocabulário Internacional de Metrologia - Conceitos fundamentais e gerais e termos associados, Instituto Português da Qualidade, 1<sup>a</sup> edição Luso-Brasileira, 2012.

## 3 DEFINIÇÕES

### 3.1 DEFINIÇÕES DE CARÁCTER GERAL

#### **Material “Ex”**

Material marcado para escoar, isto é, recipiente cuja capacidade é igual ao volume de água que esse recipiente escoar, à temperatura de referência, quando cheio até ao respetivo traço de referência e depois esvaziado.

#### **Material “In”**

Material marcado para conter, isto é, recipiente cuja capacidade é igual ao volume de água que esse recipiente contém, à temperatura de referência, quando cheio até ao respetivo traço de referência.

#### **Material volumétrico**

Equipamento utilizado para medição de volumes onde se incluem instrumentos sem êmbolo e com êmbolo.

#### **Menisco**

Interface entre o ar e o líquido a ser medido.

### 3.2 DEFINIÇÕES DE CARÁCTER METROLÓGICO

Adotam-se as definições constantes do Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM), de 2012.

## 4 UTILIZAÇÃO

O material volumétrico com funções de medir, utilizado nos laboratórios ou indústria, deve ser utilizado de forma a manter as suas características metrológicas após calibração. Dependendo do tipo de material, com e sem êmbolo, são recomendadas as seguintes boas práticas de utilização.

### 4.1 INSTRUMENTOS SEM ÊMBOLO

#### 4.1.1 MANUSEAMENTO DO EQUIPAMENTO

Para evitar qualquer tipo de contaminações ou variações de temperatura que possam introduzir erros na medição do volume, o operador deve manusear o instrumento volumétrico somente acima da zona de medição ou, quando tal for impossível, manuseá-lo o mínimo tempo possível. Deverá também utilizar luvas, no caso de instrumentos para conter, de forma a prevenir a transferência de impurezas das mãos.

Os choques térmicos e mecânicos devem ser evitados.

Não se deve submeter os instrumentos de vidro a pressões elevadas. A esterilização deve ser sempre feita com roscas desapertadas.

Não se deve exercer demasiada força nas torneiras e nas esmerilagens, pois existe o risco de quebra.

No caso específico das buretas de vidro, deve-se estar atento a fugas nas torneiras e à sua lubrificação; no entanto, não se deve utilizar silicone.

#### 4.1.2 LÍQUIDOS MEDIDOS

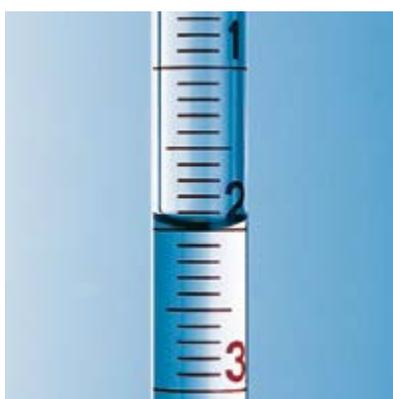
A medição do volume de substâncias agressivas tais como ácidos fortes, bases fortes, ácido fluorídrico, entre outras deve ser evitada nos instrumentos de vidro. Os instrumentos de plástico são ainda mais suscetíveis ao uso de determinados tipos de substâncias, tempo de exposição e concentração podendo ter efeitos a longo prazo não imediatamente visíveis.

#### 4.1.3 AJUSTE DO MENISCO

Um ajuste bem feito e uma leitura correta do menisco são fatores cruciais para garantir a exatidão das medições.

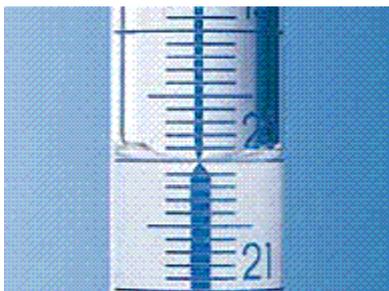
A leitura do volume deve ser feita pelo ponto inferior do menisco.

O ajuste do menisco deve ser feito de modo que o respetivo ponto inferior fique horizontalmente tangente ao plano superior da linha de referência ou traço de graduação, mantendo o plano de visão coincidente com esse mesmo plano.



**Figura 1** – Leitura do menisco

Em instrumentos volumétricos que possuam linha de retificação (banda Schelbach), o ajuste do menisco é feito pelo ponto de cruzamento dessa linha com o bordo superior da linha de referência ou traço de graduação.



**Figura 2** – Banda Schelbach

A iluminação e a cor e textura da parede por detrás do instrumento a calibrar devem ser adequadas a uma perfeita visualização do perfil do menisco. Quando necessário, pode ser utilizada uma lupa ou microscópio óptico (catetómetro).

Para reduzir o erro de paralaxe, pode usar-se uma banda negra à volta do recipiente, do seguinte modo: a banda deve ser colocada ligeiramente abaixo do traço de referência provocando o escurecimento do menisco e consequentemente, tornando mais fácil a distinção dos seus contornos.

Verifica-se que, quanto maior é a secção transversal, maiores são os erros experimentais associados à leitura do menisco, pelo que, nestes casos, os cuidados do operador ao proceder ao ajuste devem ser maiores, de modo a obter resultados exatos e reproduzíveis.

#### **4.1.4 TEMPOS DE ESPERA**

Devem cumprir-se os tempos de espera indicados pelo fabricante ou descritos no próprio instrumento volumétrico.

## **4.2 INSTRUMENTOS COM ÊMBOLO**

Todos os instrumentos com êmbolo devem ser manuseados de acordo com o manual de instruções e indicações do fabricante.

### **4.2.1 MANUSEAMENTO DO EQUIPAMENTO**

Os instrumentos com êmbolo não devem ser utilizados continuamente devido à fadiga do material. No caso das micropipetas, deve-se evitar o manuseamento pela parte inferior e pousar o instrumento entre duas utilizações de forma a minimizar a transferência de calor das mãos para o equipamento.

Os choques térmicos e mecânicos devem ser evitados.

A aspiração do líquido deve ser feita na vertical, suavemente a velocidade constante de forma a não introduzir ar no sistema. O êmbolo não deve subir livremente. No caso de micropipetas,

após a imobilização do êmbolo deve-se fazer uma pausa pois pode ainda existir alguma aspiração do líquido para o interior da ponta.

Deve-se verificar se a mobilidade do êmbolo é constante. Mobilidade com solavancos significa impurezas.

#### 4.2.2 LÍQUIDOS MEDIDOS

Deve ser evitada a medição do volume de substâncias corrosivas, voláteis e viscosas com instrumentos com êmbolo de uso comum. Em algumas situações, podem ser utilizadas micropipetas de deslocamento positivo, cujas pontas têm um êmbolo incluído e que faz com que exista uma barreira ao contacto com a micropipeta. Deve-se, no entanto, seguir sempre as instruções do fabricante.

#### 4.2.3 ACESSÓRIOS

Deve-se e utilizar os acessórios corretos, ex. pontas de micropipetas da mesma marca da micropipeta, com a capacidade adequadas, que devem ser colocadas firmemente de forma a evitar falhas de estanquidades. A ponta da micropipeta deve ser mergulhada no líquido a uma profundidade recomendada pelo fabricante e pela norma ISO 8655, cerca de 3 mm. Em algumas situações de utilização de substâncias perigosas devem ser utilizadas pontas com filtro para evitar contaminações.

## 5 CORREÇÃO À TEMPERATURA DE UTILIZAÇÃO

O material volumétrico deve ser utilizado perto da temperatura de calibração ou então proceder às respetivas correções do volume através da seguinte equação:

$$V_{t_2} = V_{t_1} \times [1 - \gamma(t_2 - t_1)] \quad (1)$$

Nesta equação temos:

$V_{t_1}$  = Volume do instrumento volumétrico, à temperatura de calibração  $t_1$ , em mL

$V_{t_2}$  = Volume do instrumento volumétrico, à temperatura que está a ser utilizado  $t_2$ , em mL

$t_1$  = temperatura a que foi determinado  $V_{t_1}$ , em °C

$t_2$  = temperatura a que o instrumento é utilizado, em °C

$\gamma$  = coeficiente de expansão cúbica do material de que é feito o instrumento volumétrico, em °C<sup>-1</sup>

Os valores dos coeficientes de expansão cubica do material podem ser obtidos através do Guia 1 da RELACRE.

## 6 SEGURANÇA DO OPERADOR

De forma a garantir a segurança do operador, devido à possibilidade de contaminação em casos específicos, recomenda-se a utilização de luvas de proteção, e em casos especiais, de óculos de proteção.

## 7 MANUTENÇÃO E LIMPEZA

O estado de conservação do material volumétrico é essencial para o respetivo desempenho metrológico.

### 7.1 INSTRUMENTOS SEM ÊMBOLO

Os instrumentos de vidro e de plástico necessitam de inspeção periódica de forma a detetar sujidade ou danos visíveis na escala ou superfície.

#### 7.1.1 ARMAZENAMENTO

Deve ser armazenado em local próprio de forma a evitar contaminações e deteriorações.

#### 7.1.2 TRANSPORTE

Deve ser transportado de forma a evitar contaminações e deteriorações.

#### 7.1.3 LIMPEZA

Os instrumentos volumétricos de plástico podem ser limpos através de detergentes ligeiramente alcalinos. Os instrumentos de policarbonato devem ser limpos manualmente com detergentes neutros. A resistência química de cada tipo de plástico deve ser verificada em cada caso específico.

Os instrumentos volumétricos consideram-se limpos quando as paredes molhadas apresentam um filme uniforme e contínuo. No instrumento volumétrico utilizado para escoar, a falta de limpeza provoca erros adicionais devidos à modificação do filme aderente às paredes.

A escolha do agente de limpeza apropriado depende da natureza do contaminante. Alguns contaminantes são facilmente removidos mecanicamente, esfregando suavemente as paredes contaminadas com material não abrasivo, enquanto outros contaminantes são removidos usando solventes adequados.

### 7.1.3.1 Agentes de limpeza de vidro

Deve utilizar-se como agentes de limpeza de instrumentos de vidro:

- Mistura de partes iguais da solução 30 g/L de permanganato de potássio com 1 mol/L de hidróxido de sódio;
- Ácido clorídrico;
- Ácido oxálico;
- Água destilada de pelo menos grau 3 de acordo com a norma ISO 3696, o que significa ter uma condutividade inferior a 5  $\mu\text{S}/\text{cm}$ .

### 7.1.3.2 Procedimento de limpeza

A lavagem e a secagem de instrumentos volumétricos devem ser feitas a uma temperatura inferior a 90 °C; acima de 150 °C podem ocorrer alterações significativas da capacidade volumétrica do material de vidro borossilicatado e acima de 90 °C para o material de vidro “vulgar” (soda-lime).

Quando se utilizam detergentes de baixa alcalinidade, a temperatura não deve exceder os 70 °C. Após a lavagem os instrumentos volumétricos devem ser enxaguados com água destilada.

Se as paredes internas do vidro não estiverem suficientemente limpas após o tratamento acima descrito, o instrumento volumétrico deve ser cheio com uma mistura de partes iguais da solução 30 g/L de permanganato de potássio com 1 mol/L de hidróxido de sódio e aguardar duas horas. Depois deve adicionar-se ácido clorídrico (ou ácido oxálico) para remover os resíduos de  $\text{MnO}_2$  e enxaguado com água destilada. O procedimento deve ser repetido se necessário.

Após a limpeza, o instrumento pode ser passado por etanol e seco à temperatura ambiente ou ser seco em estufa, a temperaturas inferiores a 90 °C. No último caso, é necessário garantir que o material atinge a temperatura ambiente, antes de ser utilizado.

### 7.1.4 SECAGEM

A secagem deve ser feita a uma temperatura baixa, ver ponto 7.1.3.2. Quanto mais elevada for a temperatura, maior será a alteração do volume.

Poderá também ser utilizado ar comprimido, desde que se garanta a ausência de impurezas no ar.

## 7.2 INSTRUMENTOS COM ÊMBOLO

Os instrumentos com êmbolo necessitam regularmente de lubrificação do êmbolo, de substituição de vedantes e cones e despiste de outras avarias.

### 7.2.1 ARMAZENAMENTO

Os instrumentos devem ser armazenados em local próprio de forma a evitar contaminações e deteriorações.

### 7.2.2 TRANSPORTE

Os instrumentos devem ser transportados de forma a evitar contaminações e deteriorações.

### 7.2.3 LIMPEZA

A existência de solavancos durante a aspiração ou escoamento de líquidos significa que existe sujidade ou falta de lubrificação do êmbolo. Devem seguir-se as instruções do fabricante para a limpeza dos instrumentos de forma a que o êmbolo tenha uma ação suave.

### 7.2.4 VERIFICAÇÃO DE VÁLVULAS E TUBOS

O estado das válvulas e tubos de aspiração deve ser inspecionado frequentemente, no caso de buretas e dispensadores.

### 7.2.5 FUGAS

Deve-se estar atento a fugas ou alterações drásticas no volume medido devido ao desgaste do *o-ring* (vedante), no caso das micropipetas.

## 8 VERIFICAÇÕES INTERMÉDIAS

Considera-se que o laboratório deve proceder a verificações intermédias das características metrológicas e funcionais dos equipamentos, entre calibrações ou ensaios, de modo a controlar a respetiva deriva e aptidão ao uso, permitindo detetar atempadamente avarias ou falhas.

Estas verificações podem ser realizadas com base no procedimento descrito no guia 1 da Relacre – Calibração de material volumétrico, nas condições o mais próximo possível das descritas no guia.

Poderá ser feito um ensaio de verificação imediatamente após a calibração e ter os valores obtidos como referência para a verificação intermédia.

## 8.1 PERIODICIDADE

Recomenda-se que a periodicidade das verificações intermédias seja estabelecida nomeadamente em função de:

- Experiência prévia e análise de tendências obtidas através da análise de calibrações anteriores;
- Recomendações do fabricante;
- Dados indiretos sobre o comportamento do equipamento (ex: manutenção, comparações interlaboratoriais, etc.);
- Frequência, tipo e condições de uso do equipamento;
- Condições ambientais (temperatura, humidade, vibração, etc.);
- Grau de exatidão pretendido.

## 9 CONFIRMAÇÃO METROLÓGICA

Após calibração do material volumétrico, é necessário garantir que os instrumentos estejam em conformidade com os requisitos especificados, através da respetiva confirmação metrológica.

Os requisitos de conformidade, critérios de aceitação ou Erro Máximo Admissível (EMA) são definidos de acordo com normas, especificação do fabricante, necessidades do laboratório ou determinados com base no uso e historial do equipamento.

A partir do erro de medição,  $E$ , e da incerteza expandida de medição,  $U$ , a confirmação metrológica do material volumétrico pode ser avaliada através da condição:

$$|E| + U \leq |EMA|$$