

UNIVERSIDADE PRESIDENTE ANTÔNIO CARLOS

IETEC - INSTITUTO DE ESTUDOS TECNOLÓGICOS

Curso de Tecnologia em Meio Ambiente

**RELATÓRIO DE ESTÁGIO SOBRE ANÁLISE E TRATAMENTO FÍSICO-
QUÍMICO DA ÁGUA PARA FABRICAÇÃO DE MEDICAMENTOS**

Dayvison do Carmo Afonso

JUIZ DE FORA

2006

UNIVERSIDADE PRESIDENTE ANTÔNIO CARLOS
IETEC - INSTITUTO DE ESTUDOS TECNOLÓGICOS
Curso de Tecnologia em Meio Ambiente

Dayvison do Carmo Afonso

**RELATÓRIO DE ESTÁGIO SOBRE ANÁLISE E TRATAMENTO FÍSICO-
QUÍMICO DA ÁGUA PARA FABRICAÇÃO DE MEDICAMENTOS**

Relatório de estágio sobre tratamento e análise físico-químico de água oriunda de poço artesiano, para fins farmacêuticos na fabricação de medicamentos apresentado no Curso de Tecnologia em Meio Ambiente da Universidade Presidente Antônio Carlos, como requisito de conclusão do curso.

Orientador: Prof. Marconi Fonseca de Moraes

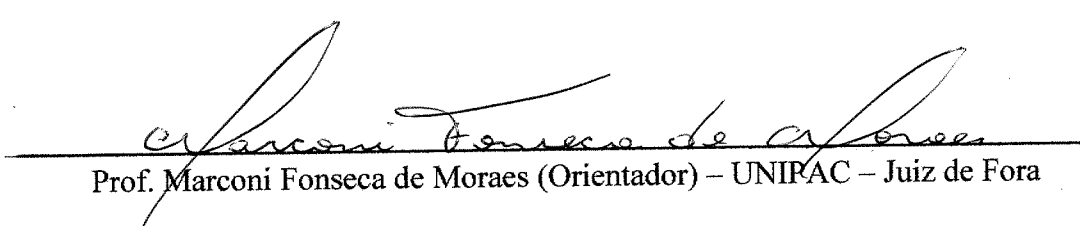
JUIZ DE FORA

2006

Dayvison do Carmo Afonso

RELATÓRIO DE ESTÁGIO SOBRE ANÁLISE E TRATAMENTO FÍSICO-QUÍMICO DA ÁGUA PARA FABRICAÇÃO DE MEDICAMENTOS

Relatório de estágio apresentado à Universidade Presidente Antônio Carlos como requisito parcial para obtenção do grau de Tecnólogo em Meio Ambiente.


Prof. Marconi Fonseca de Moraes (Orientador) – UNIPAC – Juiz de Fora

DEDICATÓRIA

Acima de tudo a Deus mediante o dom da vida e pela realização quando nele cremos, aos meus pais, aos meus irmãos, pois tenho plena certeza que cada um soube da sua contribuição para este feito.

Ao meu irmão Wesley do Carmo Afonso, que me incentivou a fazer o curso e hoje aqui está o resultado desta longa e nova jornada.

Aos amigos do Curso Tecnológico em Meio Ambiente, pelo companheirismo e dedicação que todos tiveram ao longo desses dois anos de curso.

A todos os professores do Curso Tecnológico em Meio Ambiente, pelo apoio na realização deste trabalho e pelo exemplo de doação, dedicação, de dignidade pessoal e, sobretudo de amor, que soube, além de lecionar, transmitir suas experiências.

Ao prof. Marco Aurélio e ao meu orientador prof. Marconi Fonseca de Moraes, pela capacidade e desdobramento de ambos, para o bom desempenho e conclusão deste trabalho.

AGRADECIMENTOS

À Medquímica Indústria Farmacêutica LTDA, em especial ao Sr. Jorge Lages de Oliveira e sua esposa Walmir Dias Rodrigues, pela oportunidade.

À Universidade Presidente Antônio Carlos, através do seu curso de Tecnologia em Meio Ambiente, pela oportunidade de realização deste trabalho.

Ao professor Marconi Fonseca de Moraes pela dedicada orientação, pela confiança e pelo irrestrito apoio durante todas as fases do curso ora em conclusão.

Ao Farmacêutico Dr. Jadir Vieira Júnior, Gerente Industrial da Medquímica Indústria Farmacêutica LTDA, pela confiança e pela eficiente administração da Medquímica Indústria Farmacêutica LTDA.

À Farmacêutica Dr. Ana Paula de Carvalho, Gerente do Controle da Qualidade da Medquímica Indústria Farmacêutica LTDA, pela colaboração em todas as fases deste trabalho e pela competência e dedicação com que desenvolve seu trabalho.

Aos analistas do Controle da Qualidade da Medquímica, pelo apoio, pela paciência e incansável disposição para ajudar no meu trabalho.

Aos demais colegas do Curso de Tecnologia em Meio Ambiente e da Medquímica Indústria Farmacêutica LTDA.

À minha família, por dar sentido à minha vida.

EPÍGRAFE

A vontade de se tornar algo melhor a cada dia é o que faz do ser humano uma máquina de sonhar. Projetar idéias e desejos e lutar para transformar o que um dia foi um simples pensamento em uma situação real. Nunca desistir de algo que se deseja muito e que se almeja fazer parte da vida. O ser humano sonha, mas se ele apenas sonhasse nunca saberia do que é capaz, é preciso conquistar os sonhos. (Autor desconhecido).

RESUMO

O relatório de estágio foi realizado baseado nas atividades, realizadas na MEDQUIMICA INDUSTRIA FARMACÊUTICA LTDA, como funcionário da mesma no setor de controle da qualidade, durante o período de março de 2003, até os dias atuais com duração de 08 horas semanais, sendo realizado no Controle da Qualidade (laboratório físico-químico). Durante todo este período de trabalho, venho realizando atividades no laboratório físico-químico como: análise de matérias-primas, produtos semi-acabados, produtos acabados e tendo como tema deste relatório, a minha principal atividade que é o tratamento e a análise diária da água a fins de verificar se seus parâmetros físico-químicos (aspecto, substâncias redutoras, pH, cloretos, sulfatos, amônia, dureza, metais pesados, nitratos e condutividade) estão dentro dos limites especificados.

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO

1. DESENVOLVIMENTO	11
1.1. Caracterização da Medquímica Indústria Farmacêutica LTDA	11
2. Rotina de trabalho	15
2.1. Tratamento e análise da água potável (poço artesiano)	16
2.1.1. Filtro de areia.....	16
2.1.2. Procedimento de contra lavagem do filtro de areia.....	17
2.1.3. Turbidez da água.....	18
2.1.4. Descrição do aparelho Turbidímetro.....	18
2.1.5. Procedimento de calibração e medição.....	19
2.1.6. Procedimento de calibração do aparelho.....	19
2.1.7. Procedimento de medição.....	20
2.1.8. Cloração da água da caixa d'água de 10.000L.....	21
2.1.9. Preparo da solução de cloro.....	21
2.1.9.1. Técnica e cálculo utilizados para quantificar o cloro residual livre.....	22
2.1.9.2. Cálculos para teor de cloro.....	23
2.1.9.3. Bomba dosadora de cloro.....	23
2.1.9.4. Quantificação do teor de cloro para água potável (poço artesiano).....	23
2.1.9.5. Procedimento de utilização do kit.....	24
2.1.9.6. pH.....	25
2.1.9.7. Calibração do aparelho.....	25
2.1.9.8. Procedimento de calibração.....	26
2.1.9.9. Determinação do pH da água.....	27
2.2. Deionizador	27
2.2.1. Definição de deionizador.....	28
2.3. Descrição dos tipos de análise realizados para a água deionizada	29
2.3.1. Métodos de análise da água deionizada.....	29
2.3.2. Aspecto.....	29
2.3.3. pH.....	30

2.3.4. Substâncias oxidáveis ou redutoras.....	30
2.3.5. Ensaio qualitativo de cloretos.....	30
2.3.6. Ensaio qualitativo de sulfatos.....	31
2.3.7. Ensaio semiquantitativo para amônia.....	31
2.3.8. Ensaio Quantitativo de cálcio e magnésio (dureza total).....	32
2.3.9. Ensaio semiquantitativo para metais pesados.....	33
2.3.9.1. Nitratos.....	33
2.3.9.2. Condutividade.....	34
2.3.9.3. Calibração do aparelho.....	35
3. CONCLUSÃO.....	38
BIBLIOGRAFIA.....	39
ANEXO I.....	40
ANEXO II.....	43
ANEXO III.....	44
ANEXO IV.....	45
ANEXO V.....	46
ANEXO VI.....	47
ANEXO VII.....	48

INTRODUÇÃO

A MEDQUÍMICA INDÚSTRIA FARMACÊUTICA LTDA foi fundada em 20 de junho de 1975, na cidade de Juiz de Fora, Minas Gerais, pelo empresário Francisco Halfeld Nehrer, sua esposa Yara Amado Neves e o filho Marco Antônio Tavares Nehrer. Já naquela época, em relatos posteriormente passados pelo seu fundador, a filosofia que norteava o trabalho na empresa, e que permanece até os dias de hoje, é a busca permanente pela qualidade.

Após nove anos à frente da empresa que havia fundado, Sr. Francisco Halfeld Nehrer viu-se forçado, devido às dificuldades que a economia mundial enfrentava, particularmente no Brasil com a chamada “Crise do Petróleo”, a transferir o controle da empresa para um grupo de empresários da cidade de Leopoldina, Minas Gerais. Sob a direção do Sr. Paulo Santos Andrade Ramos, os novos proprietários, no ano de 1984, transferiram a MEDQUÍMICA INDÚSTRIA FARMACÊUTICA LTDA para a cidade de Leopoldina, onde tinham outros interesses comerciais.

Em suas novas instalações a empresa teve suas atividades rejuvenescidas e experimentou um pequeno crescimento. Porém, devido às dificuldades econômicas e setoriais, ocasionadas por um rígido controle de preços dos medicamentos no Brasil, que na época eram controlados pelo “CIP (Controle Interministerial de Preços)”, associadas ao bom momento que os outros negócios do grupo possuíam, a Medquímica foi relegada a segundo plano, condição esta que permaneceu até 1989. No ano de 1989 a indústria foi transferida para os atuais proprietários, o Sr. Jorge Lages de Oliveira e sua esposa Walmir Dias Rodrigues, os quais adquiriram a empresa praticamente falida, com uma produção mensal de 10 mil unidades ao mês.

Ao adquirirem a empresa, os novos proprietários, por acharem a cidade de Juiz de Fora estrategicamente mais bem localizada e com uma infra-estrutura melhor, reconduzem a empresa para a sua cidade natal, para o mesmo endereço onde fora fundada. É então iniciado um trabalho de reconstrução da empresa, processo este que contou com a participação essencial do seu fundador, Sr. Francisco Halfeld. Com muito trabalho, dedicação, esforços e investimentos, todos oriundos de recursos próprios dos novos proprietários, a empresa foi gradativamente sendo reconstruída. Procurando ampliar seu mercado, com a permanente filosofia da busca pela qualidade acima de qualquer outro objetivo, os proprietários investiram

em máquinas, equipamentos, ampliações na área física, capacitação e busca de corpo técnico que viesse a dar continuidade à sua filosofia de trabalho.

Atualmente, a Medquímica é uma empresa dinâmica, atual, competitiva e nacionalmente reconhecida pela qualidade dos seus produtos e pela postura ética e profissional do seu corpo administrativo e técnico, rumo a se destacar entre as empresas de primeiro mundo. Os produtos da Medquímica são formulados de acordo com modernos padrões ditados no manual de boas práticas de fabricação, utilizando assim, alta tecnologia em equipamentos de última geração, afim de garantir eficácia e segurança.

Os produtos oferecido pela Medquímica são classificados por famílias: Linha Farma, dentre os produtos desta linha de produção podemos destacar os antibióticos de forma em geral, como Amoxicilina, Ampicilina, Tetraciclina e outros, bem como os antifúngicos, como Cetoconazol, Fluconazol, Nistatina; Linha Cardio, onde podemos destacar o Captopril, Enalapril, Propanolol entre outros; Linha Gastro, onde se destacam a Cimetidina, Omeprazol, Pantoprazol, e a Ranitidina; além da Linha OTC, que oferece uma grande variedade de produtos, como por exemplo o Ácido Acetil Salicílico, Complexo B, Dipirona Sódica, entre tantos outros.

1. DESENVOLVIMENTO

1.1. Caracterização da Medquímica Indústria Farmacêutica LTDA

A Medquímica Indústria Farmacêutica LTDA (Fig. 01) está situada na rua Otacílio Esteves da Silva, 40, bairro Granjas Betânia, Juiz de Fora, Minas Gerias. Funcionando 24 horas por dia, a Medquímica possui ainda uma filial, que fica localizada na Rua Martinho Gonçalves, 235, bairro Cerâmica, Juiz de Fora, Minas Gerais. A filial encontra-se aberta das 8:00 às 18:00 horas, sendo o local onde são realizadas as expedições dos produtos acabados gerados no fluxo de produção da matriz.

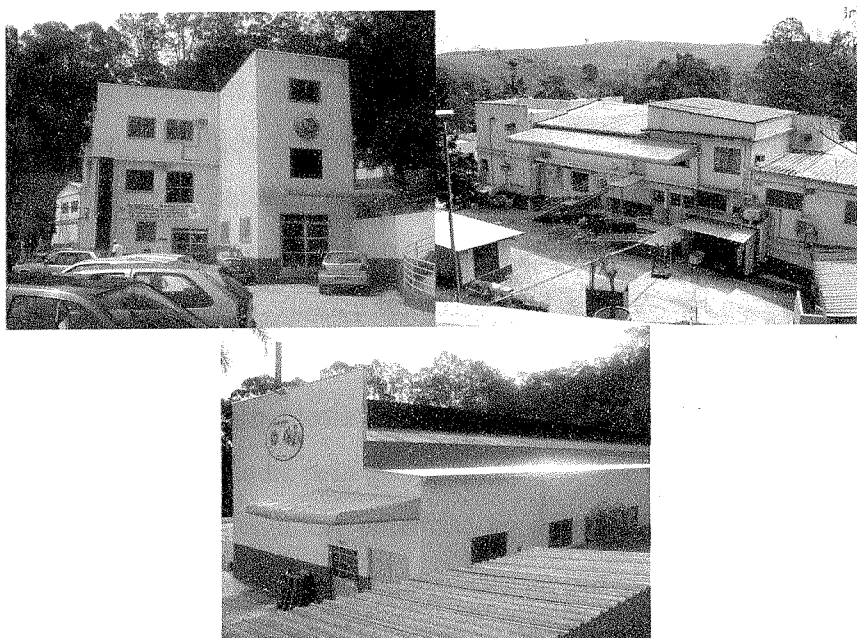


Fig. 01: Medquímica Indústria Farmacêutica LTDA

A Medquímica apresenta como proprietários o Sr. Jorge Lages de Oliveira e sua esposa Walmir Dias Rodrigues, contando com a ajuda do farmacêutico responsável Dr. Jadir Vieira Júnior, responsável pela administração e supervisão de todas as atividades da indústria, além de responder pela qualidade dos medicamentos produzidos durante o fluxo de produção,

assegurando que são adequados aos fins a que se destinam, cumprem com as exigências estabelecidas em seu registro e não colocam os pacientes em risco.

O Controle da Qualidade da MEDQUIMICA INDUSTRIA FARMACEUTICA LTDA. é administrado pela farmacêutica Dr^a. Ana Paula de Carvalho, Gerente do Controle da Qualidade, o qual detém as seguintes responsabilidades: aprovar ou rejeitar as matérias-primas e os produtos intermediários, a granel e acabados; avaliar os registros dos lotes; assegurar que sejam realizados todos os ensaios necessários; aprovar as instruções para amostragem, as especificações, os métodos de ensaio e os procedimentos de controle de qualidade; aprovar e monitorar as análises realizadas, previstas em contrato; verificar a manutenção das instalações e dos equipamentos; assegurar que sejam feitas as validações necessárias, inclusive a validação dos procedimentos analíticos e calibração dos equipamentos de controle; assegurar que sejam realizados treinamentos iniciais e contínuos do pessoal da área de Controle da Qualidade, de acordo com as necessidades do setor.

A Dr^a. Ana Paula de Carvalho, também gerencia o Laboratório de Desenvolvimento Analítico, o qual deve assegurar que: esteja disponível pessoal qualificado, instalações apropriadas e material; seja mantido um registro das qualificações, treinamento, experiência e descrição de cargo para profissional envolvido na área; o pessoal envolvido entenda claramente as funções que desempenha e que seja providenciado treinamento sempre que necessário; precauções de saúde e segurança sejam aplicadas de acordo com normas nacionais ou internacionais; POP (Procedimentos Operacionais Padrão) apropriados sejam estabelecidos e seguidos; exista uma unidade de garantia da qualidade com pessoal designado, conduzindo um programa de inspeções verificado pela gerência; conste sua concordância com plano de estudo em conjunto com o patrocinador; emendas ao plano de estudo sejam aprovadas e documentadas pelo diretor de estudo, pelo pesquisador principal, quando aplicável, pelo patrocinador e pelo gerente; sejam mantidas cópias de todos os planos de estudo; sejam mantido um arquivo histórico dos POP; exista um número suficiente de pessoas para conduzir cada estudo na forma e tempo adequados; seja designado um diretor de estudo, pesquisadores principais, se necessário, e seus eventuais substitutos, antes do início de cada estudo, e que o procedimento de seleção destas pessoas seja registrado em POP, onde conste que todas as substituições que ocorrerem durante a condução do estudo devam ser documentadas; haja um responsável designado pelo gerenciamento do arquivo; seja mantida uma agenda-mestre atualizada, onde constem todos os estudos que estão sendo desenvolvidos pela unidade operacional; os fornecedores atendam aos padrões apropriados de qualidade; as substâncias de referência sejam apropriadamente caracterizadas; exista uma política e procedimentos para

que sistemas computadorizados sejam adequados ao uso e que sejam desenvolvidos, validados, operados e mantidos de acordo com o princípios das BPL (Boas Práticas Laboratoriais); os relatórios sejam acompanhados pela declaração do diretor de estudo de que o estudo está em conformidade com os princípios das BPL; os relatórios sejam acompanhados pela declaração da UGQ (Unidade da Garantia da Qualidade), onde conste que o estudo foi auditado, em que datas foi auditado, que o resultado da auditoria foi comunicado ao Diretor de estudo e ao Gerente, e que o estudo foi conduzido de acordo com o plano de estudo; os planos de estudos sejam aprovados pelo diretor de estudo e por este disponibilizados ao pessoal da UGQ; os arquivos históricos dos POP sejam mantidos.

Faz parte também do quadro de farmacêuticos o farmacêutico Dr^a. Larissa dos Santos da Silveira, Gerente do Setor de Sólidos, a farmacêutica Dr^a. Camila de Souza, Gerente do Setor de Líquidos, bem como o farmacêutico, os quais são responsáveis pela produção farmacêutica, assegurando que os produtos sejam produzidos e armazenados de acordo com os procedimentos apropriados e com a qualidade exigida. Para tal, aprovam as instruções relativas às operações de produção, inclusive os controles em processo, e asseguram a estrita implementação das mesmas. Além disso, asseguram que os registros de produção sejam avaliados e assinados por pessoal designado, antes que sejam colocados à disposição do Controle da Qualidade, verificam a manutenção das instalações e equipamentos, permitindo que as validações dos processos, as calibrações e controle dos equipamentos sejam executados e registrados e que os relatórios estejam disponíveis. Promovem também o treinamento inicial e contínuo do pessoal da área de produção.

A Garantia da Qualidade é administrada pelo farmacêutico Dr. Wellerson Wagner Barreto da Silva, Gerente da Garantia da Qualidade, o qual deve assegurar que: os medicamentos sejam projetados e desenvolvidos considerando a necessidade do cumprimento das BPF (Boas Práticas de Fabricação); operações de produção e controle sejam claramente especificadas por escrito e as exigências de BPF cumpridas; responsabilidades gerenciais estejam claramente especificadas, na descrição de cargos e funções; sejam tomadas providências quanto à fabricação, suprimento e à utilização correta das matérias-primas e materiais de embalagem; todos os controles necessários sejam realizados nas matérias-primas, produtos intermediários, produtos a granel e produto terminado; bem como realizar outros controles necessários durante o processo, além das calibrações e das validações; o produto terminado seja corretamente processado e conferido, segundo procedimentos definidos; os medicamentos não sejam expedidos antes que o pessoal autorizado confirme, que cada um dos lotes tenha sido fabricado de acordo com os requisitos do registro e os regulamentos

relevantes à produção, controle e liberação; sejam fornecidas instruções e tomadas as providências necessárias para garantir que os medicamentos sejam armazenados, distribuídos e subseqüentemente manuseados, de forma que a qualidade dos mesmos seja mantida por todo o prazo de validade; haja procedimento de auto-inspeção e/ou auditoria interna de qualidade que avalie regularmente a efetividade e a aplicação do sistema de Garantia da Qualidade.

A Medquímica conta também com a farmacêutica Dr^a. Alessandra Dutra Simões Tavares, Gerente de Compras, a qual é responsável pelos almoxarifados da empresa, pesquisa de preço, seleção de fornecedores, bem como efetuar a compra de todos os materiais e matérias-primas necessárias para o adequado funcionamento da indústria. No total, a Medquímica é composta por 283 colaboradores diretos, mantendo também contato com terceiros, como o fornecimento da alimentação dos colaboradores, lavagem e higienização dos uniformes de todo o pessoal, calibração de equipamentos e manutenção de computadores e outros equipamentos.

2. ROTINA DE TRABALHO

Meu horário de trabalho na Medquímica é de 06 horas da manhã às 3 horas da tarde.

Como analista do laboratório físico químico (Fig. 02), pertencente ao setor de controle da qualidade, sou responsável pela análise físico química da água da empresa dos seguintes pontos de coleta: caixa d'água de 10.000L, na qual é abastecida por um poço artesiano e saída do deionizador.

sou responsável pela análise físico química da água da empresa dos seguintes pontos de coleta: caixa d'água de 10.000L, oriunda de poço artesiano, água deionizada.

Realizo a coleta das amostras de água, para a realização das análises, pela manhã, em frascos âmbar, devidamente identificados contendo as seguintes informações: data da coleta, horário da coleta, assinatura do analista responsável pela coleta, local da coleta e condições de armazenagem. As amostras de água são coletadas com quantidade suficiente para a realização de todos os testes.

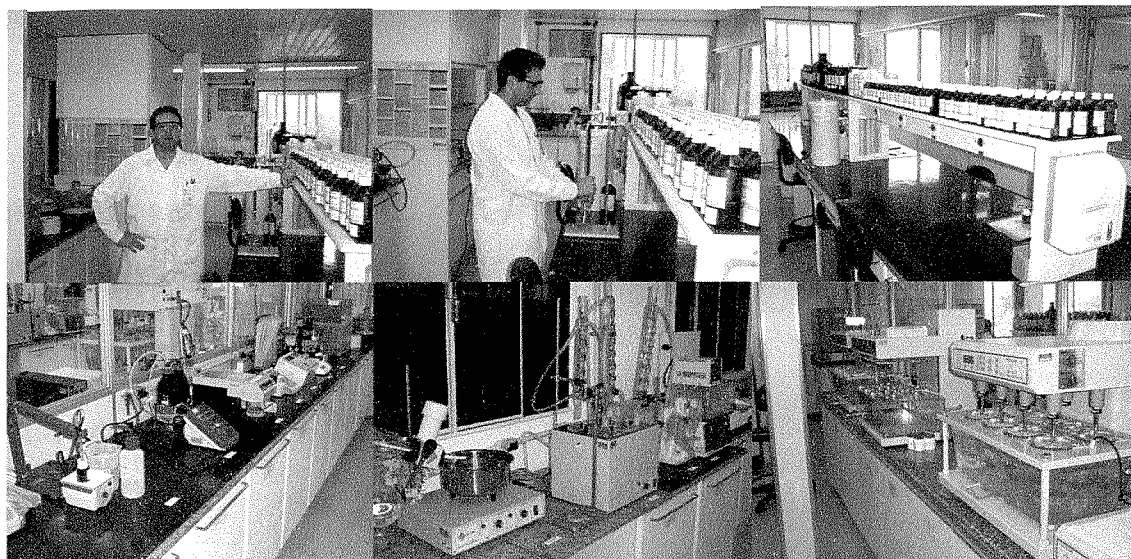


Fig. 02: Laboratório Físico Químico.

2.1. Tratamento e análise da água potável (poço artesiano)

A água utilizada na Medquímica, para manipulação e fabricação dos medicamentos é oriunda de poço artesiano, perfurado nas instalações da própria empresa. Esta água é bombeada e filtrada por um filtro de areia (Fig. 03), sendo acondicionada em um reservatório de 10.000L (Fig. 04).



Fig. 03: Filtro de Areia

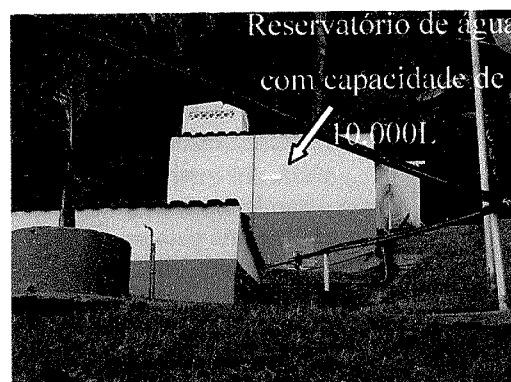


Fig. 04: Reservatório de 10.000L

Para a água coletada no interior da caixa d'água de 10.000L, são realizados os ensaios de aspecto, pH, turbidez e teor de cloro, devendo estar dentro dos limites especificados, conforme veremos a seguir.

2.1.1. Filtro de areia

O filtro de areia, tem como objetivo retirar da água: sólidos em suspensão e impurezas mais grosseiras como barro, fios, folhas e etec...

É feita uma contra lavagem neste filtro de areia duas vezes por semana (terça e sexta-feira), para a realização da limpeza interna, fazendo com que a água percorra o caminho inverso de sua trajetória normal dentro do filtro, expelindo impurezas retidas pela areia.

Para a realização da contra lavagem do filtro de areia, segue-se o seguinte procedimento:

2.1.2. Procedimento de contra lavagem do filtro de areia

Fecha-se o registro 01 (fig. 05) no sentido horário, abre-se o registro 02 no sentido anti-horário e coloca-se, cuidadosamente a válvula de contra lavagem na posição L (lavar). Aguarda-se durante 10 minutos, ou até que a água comece a sair limpa. Ao término da lavagem, abre-se o registro 01 no sentido anti-horário, fecha-se o registro 02 no sentido horário e posiciona-se a válvula de filtragem para a posição F (filtrar).

A operação de contra lavagem é registrada no LOG-BOOK (ANEXO II).

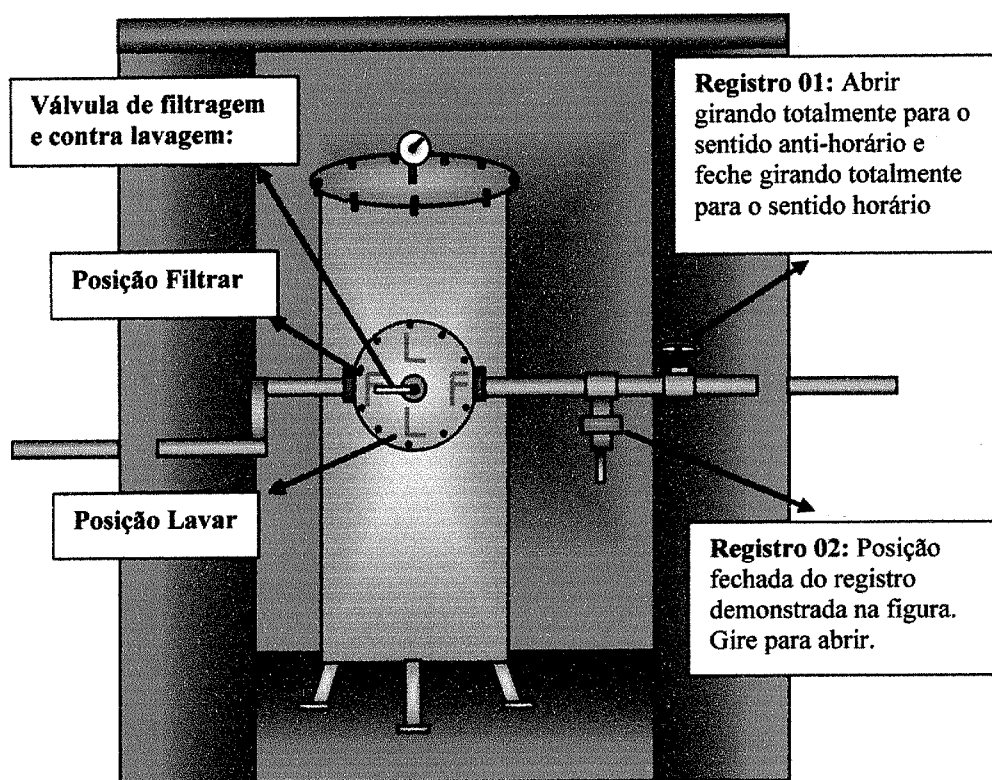


Fig. 05: Filtro de areia

Para sabermos se o filtro de areia está sendo eficiente ou não, é realizado diariamente o ensaio de turbidez desta mesma água.

2.1.3. Turbidez da água

Definição: A turbidez é definida como uma medição de atenuação de um fluxo radiante, que atravessa um meio líquido e que pode ser medida por um aparelho chamado de Turbidímetro, ou seja, a turbidez se caracteriza pela "nebulosidade" da água e pode ser interpretada como a ausência de claridade ou brilho. Ela é causada pela presença de substâncias suspensas e coloidais tais como: argila, sedimento, matéria orgânica e inorgânica, organismos microscópicos e algas. A turbidez é determinada pela quantidade de luz dispersada quando ela passa através de uma amostra.

2.1.4. Descrição do aparelho Turbidímetro

O aparelho possui um sistema óptico (Fig. 06), com uma lâmpada de filamento de tungstênio, um detector a 90° para monitorar a luz dispersada e um detector da luz transmitida.

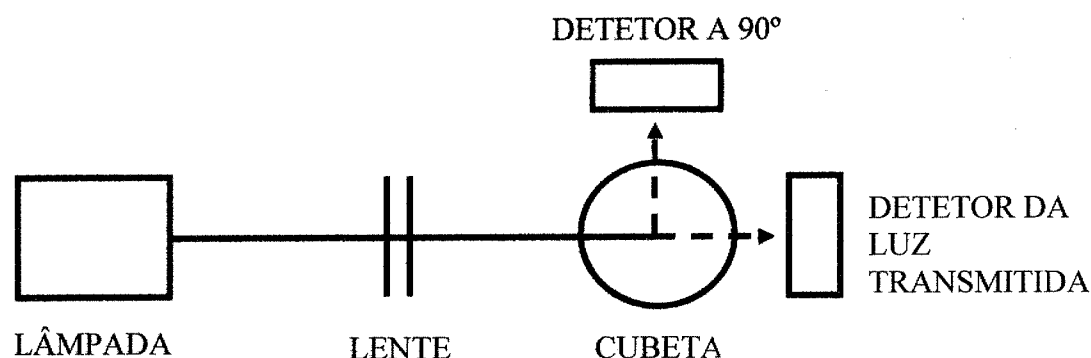


Fig. 06: Desenho esquemático de funcionamento do Turbidímetro.

O microprocessador do instrumento calcula a relação entre os sinais provenientes do detector a 90° e do detector da luz transmitida. Ou seja, como todo corpo reflete luz, o aparelho mede o quanto de luz ultrapassou a cubeta com a solução problema, colocada em uma câmara escura do aparelho. O aparelho transforma essa quantidade de luz em um valor de turbidez expresso pela unidade NTU (Unidades Nefelométricas de Turbidimetria ou Turbidez).

2.1.5. Procedimento de calibração e medição

A turbidez da água é realizada utilizando um turbidímetro de bancada (fig. 07) como segue:

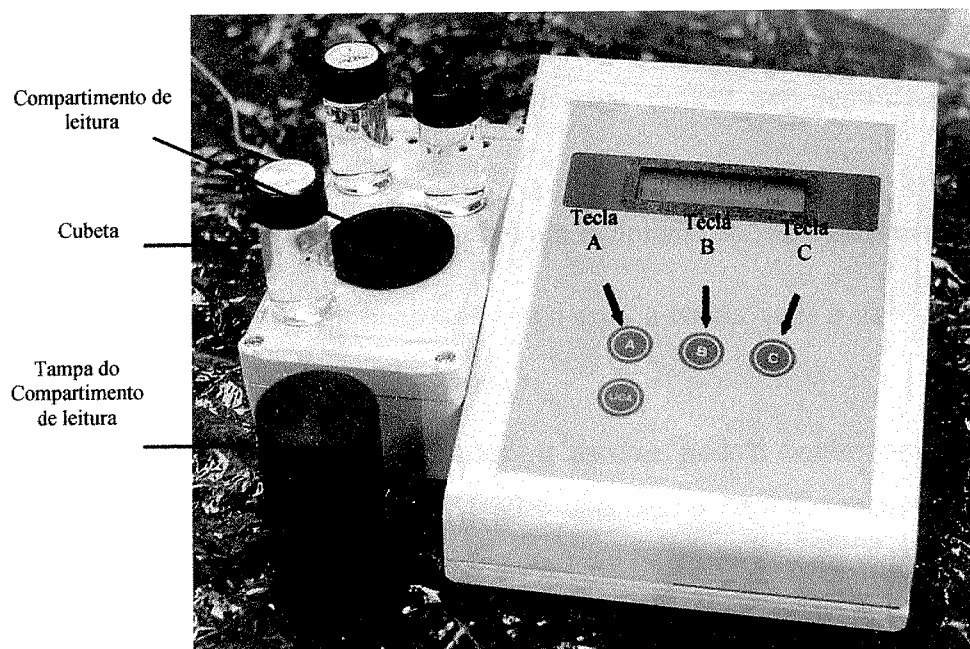


Fig. 07: Turbidímetro de bancada.

2.1.6. Procedimento de calibração do aparelho

Antes de utilizar o aparelho de turbidez, deve-se fazer uma calibração, utilizando os padrões de turbidez: 0,1 - 0,8 - 8,0 - 80 - 100 e 1000 NTU, para que se tenha resultados mais precisos.

As cubetas contendo os padrões (0,1 - 0,8 - 8,0 - 80 - 100 e 1000 NTU) são limpas com álcool ou acetona e logo em seguida, são introduzidas individualmente e em ordem crescente no compartimento de leitura (Fig. 05). Fecha-se o compartimento de leitura com a tampa, e em seguida é pressionada a tecla "C" para calibrar o aparelho.

A tecla "A" serve para resetar o aparelho.

A calibração deve ser registrada no LOG-BOOK (ANEXO III).

2.1.7. Procedimento de medição

Introduza a Cubeta contendo a amostra no compartimento de leitura e pressione a tecla "B", aguarde o equipamento mostrar no display o resultado final.

Ex: A água do interior da caixa d'água de 10.000L, após ser filtrada pelo filtro de areia, deve apresentar turbidez menor ou igual a 2 NTU, para que seja aprovada.

Ao utilizar um turbidímetro nefelométrico devem ser seguidas as seguintes observações:

- 1º) As amostras devem ser coletadas em um recipiente de vidro ou polietileno limpo.
- 2º) As amostras devem ser analisadas logo após a coleta, pois a turbidez pode mudar se a amostra for armazenada.
- 3º) Tubos de amostra sujos, arranhados ou lascados podem causar resultados (leituras) de testes altos. Os tubos devem ser lavados com ácido periodicamente e ligeiramente lubrificados com silicone para mascarar possíveis imperfeições do vidro. Os tubos que estiverem muito arranhados ou lascados não devem ser utilizados. Identifique os tubos para eles possam ser orientados de maneira consistente na câmara de medição de turbidez.
- 4º) Cor excessiva na amostra (maior que 15 unidades de cor) pode causar leituras de turbidez baixas, uma vez que a cor irá absorver a luz.
- 5º) Antes de proceder à leitura de turbidez a amostra deve ser gentilmente invertida algumas vezes para misturar. Tome cuidado para não produzir bolhas de ar; elas provocam leituras de turbidez altas.
- 6º) As partículas que causam turbidez são com frequência carregadas eletricamente. Portanto, campos elétricos ao redor de motores podem afetar as leituras.
- 7º) Vibrações podem aumentar a dispersão de luz e, por consequência, provocar leituras de turbidez altas. O turbidímetro deve ser colocado sobre uma bancada de superfície firme.
- 8º) Após terminar o manuseio e o preparo da amostra, remova as marcas de dedos no tubo de amostra com um pano seco e limpo antes de inseri-lo na câmara do turbidímetro.

2.1.8. Cloração da água da caixa d'água de 10.000L

No reservatório de água do poço artesiano com capacidade de 10.000L, existe uma bóia que regula o nível da água, ativando ou desativando a bomba do poço artesiano, mantendo o nível da mesma constante. Juntamente com a bomba do poço artesiano, a mesma bóia da caixa d'água de 10.000L, ativa uma bomba dosadora de cloro, acoplada em um reservatório de cloro com capacidade de 200L (Fig. 08), situado acima da caixa d'água de 10.000L, com a finalidade de fazer a desinfecção da água do poço artesiano.



Fig. 08: Bomba dosadora de cloro

A solução de cloro utilizada pela bomba dosadora é preparada com volume de 200L e o teor da solução de cloro é de aproximadamente 741mg/L, após o preparo.

2.1.9. Preparo da solução de cloro

Realiza-se o cálculo da quantidade necessária de dicloroisocianurato 62% a ser adicionada ao tambor de 200 Litros (Fórmula: 01). Dissolve-se o dicloroisocianurato 62% em um recipiente, tomando o cuidado de manuseá-lo com luva, mangote e máscara. Transfere-se a solução para o tambor e completa-se o volume para 200 Litros.

$$Q = 239,3 - \left[\frac{\text{Cl} \times \text{N}}{1000} \right]$$

Onde:

Q = Quantidade de Dicloroisocianurato 62% a ser adicionada em 200 litros de H₂O, para obtenção de aproximadamente 741 mg/L de CRL (Cloro Residual Livre) no reservatório;

Cl = Teor de Cloro em ppm do reservatório;

N = Nível em litros do reservatório

Fórmula: 01

O teor de cloro do reservatório é conferido através de análise, pelo método de titulação, na qual é coletada uma amostra do reservatório e levada para o laboratório a fim de realizar o ensaio como segue:

2.1.9.1. Técnica e cálculo utilizados para quantificar o cloro residual livre

Para quantificar o Cloro Residual Livre (expresso em Cl₂) do reservatório de cloro, utiliza-se a seguinte técnica:

Em um erlenmeyer de 250 mL adicione 10,0 mL da água do reservatório, 5 mL de uma solução de KI 3M e 5 mL de HCl (1:3).

Titule com tiosulfato de sódio 0,01N SV até coloração amarelo claro.

Adicione 3 mL de uma solução de goma de amido a 1%.

Continue a titular até a viragem para incolor persistir por 2 minutos.

2.1.9.2. Cálculos para teor de cloro

$$\text{ppm de Cloro Residual} = 5 \times V_{(ml)} \times 7,09 \times fc$$

$V_{(ml)}$ = Volume gasto na titulação;

fc = Fator de correção do tiosulfato de sódio 0,01N SV.

2.1.9.3. Bomba dosadora de cloro

A bomba dosadora de cloro tem um regulador de pulso que determina o quanto de cloro será adicionado na caixa d'água, devendo ser aumentado ou diminuído, à fim de adequar a concentração de cloro no interior do reservatório de água, devendo estar entre 0,2 mg/L e 2,0 mg/L.

2.1.9.4 Quantificação do teor de cloro para água potável (poço artesiano)

O teor de cloro do interior da caixa d'água é verificado diariamente pela manhã, coletando-se uma amostra do interior da caixa d'água e realizando o ensaio no laboratório.

Para quantificar o cloro, utilizamos um Kit para quantificação de cloro em águas potáveis (fig. 09).

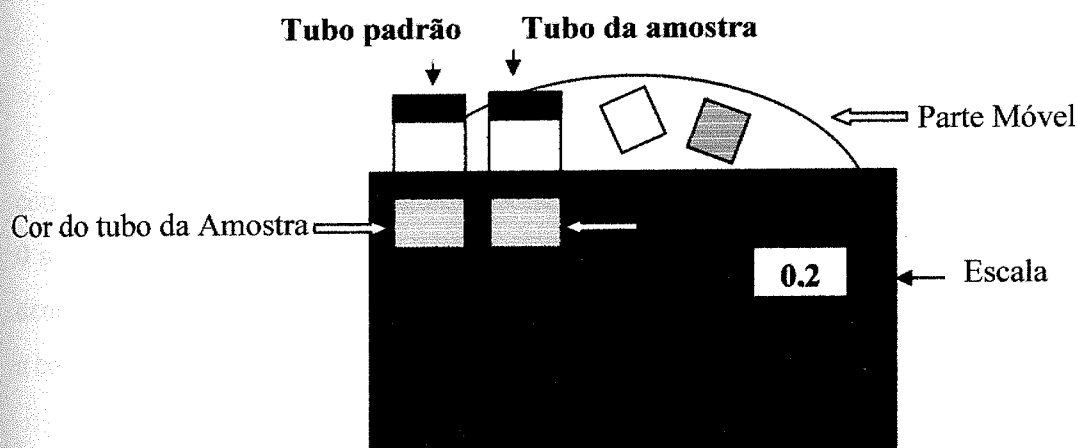


Fig. 09: Kit para quantificação de cloro.

2.1.9.5. Procedimento de utilização do kit

Retire os dois tubos contidos na caixa (Tubo do padrão e tubo da amostra), abra-os e coloque em cada um deles 6 mL da amostra a ser analisada.

Coloque os dois tubos nos locais apropriados (na parte de cima do kit). No tubo da sua direita, adicione 3 gotas do reagente $\text{Cl}_2\text{-1B}$ (Frasco de reagente que acompanha o kit) e 1 gota do reagente $\text{Cl}_2\text{-2B}$ (Frasco de reagente que acompanha o kit). O tubo da direita, após ser adicionado os reagentes ($\text{Cl}_2\text{-1B}$ e $\text{Cl}_2\text{-2B}$), apresentará coloração rosa (mais intensa ou menos intensa, proporcional ao teor de cloro presente na água) em sua solução. O tubo da esquerda deve permanecer somente com a amostra, uma vez que tem a função de branco.

Homogeneíze o tubo que contém a amostra com os reagentes e recolque-o no kit.

Erga o kit na altura dos olhos e gire a régua comparativa até que se encontre uma coloração o mais próxima possível da coloração obtida na amostra (fig. 05).

Quando as cores estiverem equiparadas, observe a escala da régua. Ela mostrará a concentração (em ppm ou mg/L) de cloro presente na amostra. O kit tem capacidade de quantificar teores entre 0 e 2 ppm de cloro. Para que a água tenha uma boa desinfecção o cloro do interior da caixa d'água deve estar entre 0,2 e 2,0 mg/L.

Após ter realizado os teste de turbidez e teor de cloro da água da caixa d'água de 10.000L, é feita a medição do pH.

2.1.9.6. pH

Definição de pH: O pH é uma característica de todas as substâncias, determinado pela concentração de íons de Hidrogênio (H^+). Os valores variam de 0 a 14, sendo que valores de 0 a 7 são considerados ácidos, valores em torno de 7 são neutros e valores acima de 7 são denominados básicos ou alcalinos (Tabela 01). Quanto menor o pH de uma substância, maior a concentração de íons H^+ e menor a concentração de íons OH^- .

Tabela 01: Variação do pH.

0	7	14
Ácido	Neutro	Básico ou Alcalino
+ H^+	-----	- H^+

Valores abaixo de 0 e acima de 14 são possíveis, porém muito raros e não podem ser medidos com as sondas normais.

O pH de uma substância pode variar de acordo com sua composição, concentração de sais, metais, ácidos, bases e substâncias orgânicas e da temperatura.

O "p" equivale ao simétrico do logaritmo de base 10 da actividade dos íons a que se refere, ou seja,

$$pH = - \log_{10} [H^+]$$

em que $[H^+]$ representa a actividade de H^+ em mol/dm^3 .

2.1.9.7. Calibração do aparelho

Antes da utilização do aparelho de pH, é necessário realizar uma calibração para que se tenha resultados mais precisos.

O aparelho é calibrado com uma solução de padrão primário (também chamado de solução tampão), para verificar se a linearidade da resposta do eléctrodo em diferentes pH e para se detectar um eléctrodo de vidro defeituoso. A calibração do aparelho com apenas uma solução, pode ser completamente errônea. A presença de um eléctrodo defeituoso será detectada por não se conseguir obter um valor razoavelmente correto. As soluções empregadas para calibração do peagâmetro, dependem do tipo de equipamento que está sendo utilizado. Para medição do pH da água, utilizamos o peagâmetro da marca OAKTON, modelo pH 100 séries (Fig. 10). Este equipamento é calibrado utilizando soluções padrões de pH: 1,68, 4,01 7,00, 10,01 e 12,45, exigidos pelo fabricante.



Fig. 10: pHmetro Oakton Modelo pH 100 Series

2.1.9.8. Procedimento de calibração

1º) Retirar o béquer contendo solução KCL (Cloreto de potássio) na qual está mergulhado o eletrodo.

2º) Lavar o eletrodo com jatos de água destilada e enxuga-lo com papel de filtro;

Imergir o eletrodo em solução-tampão de referência, verificando-se a temperatura em que se vai operar;

3º) Ajustar o valor de pH até o valor tabelado, mediante o botão de calibração;

4º) Lavar o eletrodo com várias porções da solução tampão de referência, imergir o eletrodo neste e verificar o valor de pH registrado. Este não deve apresentar variações que

superem 0,07 (+/-) do valor tabelado para este padrão. Proceder da mesma forma com todas as soluções tampões.

A calibração do peagâmetro deve ser registrada no LOG-BOOK (ANEXO IV)

2.1.9.9. Determinação do pH da água

O pH da água, de deve ser medido com quantidade de 100 mL, sendo adicionado 0,3mL de solução saturada de cloreto de potássio, para a estabilização dos íons presentes na água. Lave o eletrodo com água e com várias porções da solução problema (água a ser medida). Imergir o eletrodo na solução em exame e aguarde a estabilização da leitura.

Para que o teste de pH da água do interior da caixa d'água de 10.000L seja aprovado, a leitura deve estar compreendida entre 6,0 e 9,0.

Depois da leitura, lave o eletrodo com água destilada em abundância e armazene o eletrodo no protetor adequado.

Obs: O pH da água deve ser realizado com a amostra em constante agitação.

2.2. Deionizador

A água do poço artesiano, após ser acondiciona na caixa d'água de 10.000L e recebido o tratamento de filtração e cloração como vimos anteriormente, passa por um sistema de filtros chamado de deionizador (fig.11).

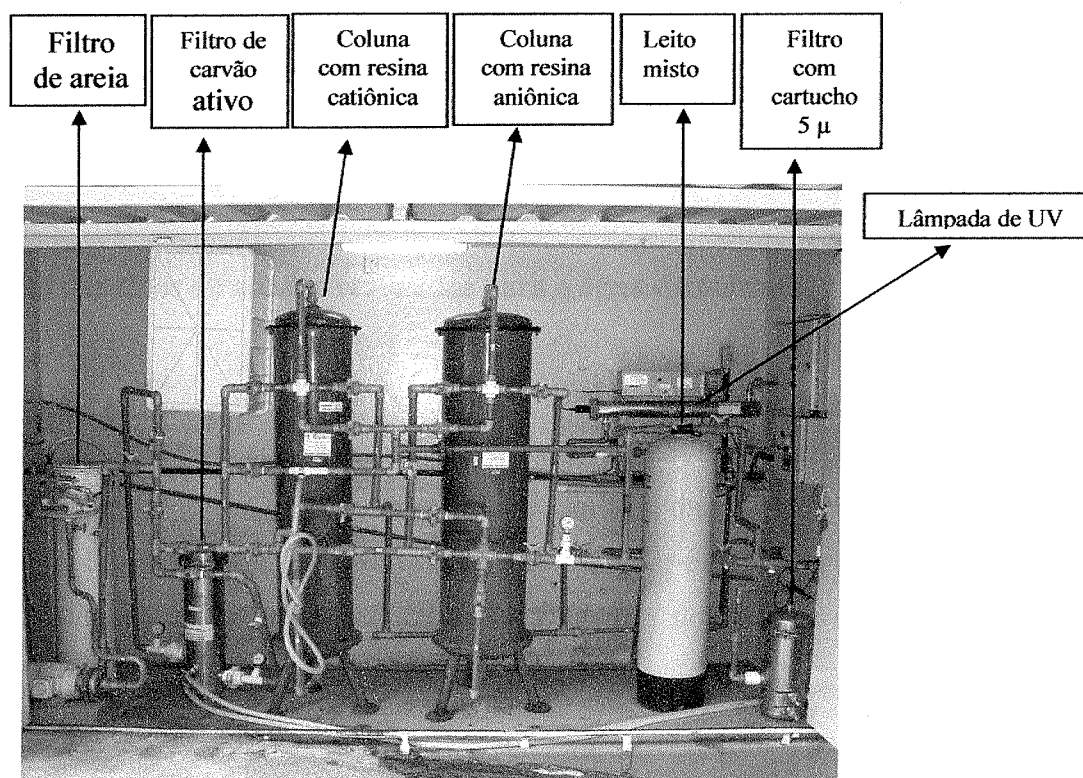


Fig. 11: Sistema de obtenção de água deionizada (deionizador)

2.2.1. Definição de Deionizador

O deionizador é um sistema de purificação de água, onde obtemos uma água desmineralizada, também chamada de deionizada ou purificada. Ele é composto por um filtro de areia (15 μ), para retirada de resíduos maiores, por uma carcaça com filtros de carvão ativado, para eliminar cor, odor, sabor, compostos orgânicos e principalmente cloro.

Depois de passar pelo filtro de carvão, a água passa por uma coluna composta de resina catiônica (100 litros) e depois por uma coluna composta por resina aniônica (150 litros), retirando da água cátions, ânions, ácidos húmicos, carbonatos, cloretos, anidrido de carbono, nitratos e sulfatos. Ocorre também, uma troca aniônica, a fim de obter uma água com pH entre 5,0 e 7,0 e baixa condutividade ($\leq 1,33 \mu\text{s}/\text{Cm}^2$). Após passar pelas colunas catiônica e aniônica, a água passa por uma outra coluna, composta por uma mistura de resina catiônica e aniônica, chamada de leito misto, que tem a mesma finalidade das colunas catiônica e aniônica separadas. Após passar pelo leito misto, a água passa por um filtro de cartucho de

5 micra, com finalidade de reter qualquer partícula de sílica, que por ventura venha a desprender das resinas catiônica, aniônica ou leito misto. E finalmente, a água passa por duas lâmpadas de UV, com a finalidade de eliminar possíveis bactérias na água.

2.3. Descrição dos tipos de análise realizados para a água deionizada

A água deionizada é coletada e analisada pela manhã, sendo realizado os testes de: aspecto, substâncias redutoras, pH, cloretos, sulfatos, amônia, dureza, metais pesados, nitratos e condutividade, com a finalidade de verificar se o deionizador está funcionando corretamente e se todos os parâmetros da água deionizada estão dentro dos limites especificados para aprovação e utilização.

2.3.1. Métodos de análise da água deionizada

A água da caixa d'água de 10.000L, após passar pelo deionizador é distribuída através de uma tubulação de aço inox, indo para o setores de almoxarifado de matérias-primas, manipulação de produtos sólidos, até chegar em seu destino final, que é o setor de manipulação de produtos líquidos, onde é coletada uma amostra de água purificada (deionizada) para análise no laboratório físico químico, sendo realizados os seguintes ensaios.

2.3.2. Aspecto

A água Purificada deve ser avaliada quanto à cor e ao odor.

Critério de aceitação: Límpida, incolor, inodora, insípida.

Limite de ação: análise absoluta, não deve haver alteração dos parâmetros estabelecidos.

2.3.3. pH

Proceder ao teste de pH, conforme o item 2.1.9.9.

Critério de aceitação: O pH deverá estar entre 5,0 e 7,0.

Limite de alerta: $\text{pH} \leq 5,5$ ou $\geq 6,5$

Limite de ação: $\text{pH} \leq 5,3$ ou $\geq 6,7$

2.3.4. Substâncias oxidáveis ou redutoras

É um teste que indica possíveis poluições na água, sendo identificado pela redução do permanganato de potássio, onde valores elevados podem revelar deficiências no processo de desinfecção e aumento de matéria orgânica com urina, suor, pele, cosméticos, etc.

Ensaio: Em 100 mL de Água Purificada, adicione 10 mL de Ácido Sulfúrico R Diluído e 0,1 mL de Permanganato de Potássio 0,02 M. Homogeneíze e ferva a solução durante 5 minutos.

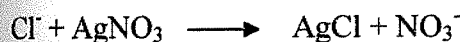
Critério de aceitação: A cor rosa deverá permanecer após os 5 minutos de fervura indicando ausência de substâncias oxidáveis ou redutoras.

Limite de ação: análise absoluta, não deve haver alteração dos parâmetros estabelecidos

Obs: É um Indicador de poluição na água, onde valores elevados podem revelar deficiências no processo de desinfecção e aumento de matéria orgânica com urina, suor, pele, cosméticos, etc.

2.3.5. Ensaio qualitativo de cloretos

Visa determinar se a amostra apresenta íons cloretos através de turvação com nitrato de prata em meio nítrico.



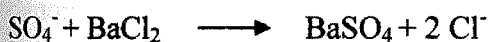
Ensaio: Em 10 mL de água purificada (em análise), adicione 1 mL de Acido Nítrico R Diluído e 0,2 mL de Nitrato de Prata Solução Reagente R2. Homogeneíze e deixe em repouso por 15 minutos.

Critério de Aceitação: a solução não deverá apresentar turbidez ao fim dos 15 minutos.

Limite de ação: análise absoluta, não deve haver alteração dos parâmetros estabelecidos.

2.3.6. Ensaio qualitativo de sulfatos:

Visa determinar se a amostra apresenta sulfato através de turvação com cloreto de bário em meio clorídrico.



Ensaio: Em 10 mL de água purificada (em análise) adicione 0,1 mL de Acido Clorídrico Diluído R e 0,1 mL de Cloreto de Bário Solução Reagente R1. Homogeneíze e deixe em repouso por 60 minutos.

Critério de Aceitação: a solução não deverá apresentar turbidez ao fim dos 60 minutos.

Limite de ação: análise absoluta, não deve haver alteração dos parâmetros estabelecidos.

2.3.7. Ensaio semiquantitativo para amônia:

Visa determinar se a amostra ultrapassa um valor máximo permitido de amônia se baseando na comparação da cor observada entre tubos de Nessler com concentração padrão de cloreto e tubo contendo amostra.

Ensaio: Em Tubo de Nessler, contendo 20 mL de água purificada (em análise), adicione 1 mL de Iodeto de Potássio Mercúrio Alcalino (Reagente de Nessler), homogeneíze e deixe repousar por 5 minutos. Ao mesmo tempo em outro tubo de Nessler contendo 4 mL de Solução Padrão de Amônia (1 ppm de NH_3) e 16 mL de água destilada (0,2 ppm de NH_3), adicione 1 mL de Iodeto de Potássio Mercúrio Alcalino, homogeneíze e deixe repousar por 5 minutos. Compare a coloração obtida nos dois tubos.

Critério de Aceitação: a cor obtida no tubo contendo a Água Purificada não deve ser mais intensa que a cor obtida no tubo contendo a solução padrão de amônia (0,2 ppm).

Limite de ação: quando a cor da amostra for mais intensa que a cor do padrão à 0,2 ppm.

2.3.8. Ensaio quantitativo de cálcio e magnésio (dureza total)

A dureza é um dos parâmetros de qualidade da água mais analisados. Dureza é a denominação genérica dada à soma das concentrações dos íons polivalente presentes na água, tais como: cálcio, magnésio, ferro, bário, estrôncio, etc. A prática atualmente estabelecida é assumir a dureza total como referência apenas às concentrações de cálcio e magnésio.

Ensaio: Em erlenmeyer de 250 mL, adicione 100 mL de água purificada, 1 mL de Hidróxido de Amônio P.A. e 50 mg do indicador Negro de Eriocromo. Homogeneíze até dissolução do indicador e titule com EDTA 0,01 M SV até a viragem para azul. Cada 0,1 mL de EDTA 0,01 M SV equivale a 1 ppm ou 1 mg/L de dureza (sais de cálcio e magnésio).

Critério de Aceitação: a dureza total da água purificada deve ser menor ou igual a 5 ppm.

Limite de alerta: 3 ppm

Limite de ação: > 4 ppm

2.3.9. Ensaio semiquantitativo para metais pesados

Baseia-se na reação colorimétrica entre impurezas metálicas e sulfeto, e se esta não ultrapassa os limites especificados em termos de μg de Pb^{++} .



Ensaio: Evapore 200 mL de Água Purificada (em análise) até o volume de 20 mL. Transfira 12 mL da água purificada evaporada para tubo de Nessler, adicione 2 mL de solução tampão acetato pH 3,5 e homogeneíze. Ao mesmo tempo, em outro tubo de Nessler, adicione 10 mL da solução padrão de chumbo (0,1 ppm/mL), 2 mL de solução tampão acetato pH 3,5, 2 mL da água purificada evaporada e homogeneíze. Deixe os tubos em repouso por 2 minutos, adicione em cada um 1,2 mL de tioacetamida reagente, deixe novamente repousar por 2 minutos. Após o tempo de repouso, compare a coloração da amostra e do padrão.

Critério de Aceitação: a cor obtida no tubo contendo a Água Purificada não deve ser mais intensa que a cor obtida no tubo contendo a solução padrão de chumbo.

Limite de ação: quando a cor da amostra for mais intensa que a cor do padrão à 0,1ppm.

2.3.9.1. Nitratos

Nitrato é a forma mais completamente oxidada do nitrogênio. Ele é formado durante os estágios finais da decomposição biológica, tanto em estações de tratamento de água como em mananciais de água natural.

Ensaio: Adicione 5 mL de água purificada em tubo imerso em banho de gelo, 0,4 mL de uma solução a 100 g/L de cloreto de potássio R, 0,1 mL de solução reagente de difenilamina, 5 mL de ácido sulfúrico P.A., homogeneíze cuidadosamente e aguarde resfriamento a temperatura ambiente. Transfira o tubo para banho-maria a 50°C e deixe aquecer por 15 minutos. Ao mesmo tempo submeta ao mesmo tratamento outro tubo contendo 4,5 mL de água destilada e 0,5 mL de solução padrão de nitrato (2 ppm NO_3).

Critério de Aceitação: A cor azul obtida no tubo contendo a Água Purificada não deve ser mais intensa que a cor azul obtida no tubo contendo a solução padrão de nitrato com concentração final de 0,2 ppm/mL.

Limite de ação: quando a cor da amostra for mais intensa que a cor do padrão à 0,2 ppm.

2.3.9.2. Condutividade

A condutividade elétrica é a capacidade que a água possui de conduzir corrente elétrica. Este parâmetro está relacionado com a presença de íons dissolvidos na água, que são partículas carregadas eletricamente. Quanto maior for a quantidade de íons dissolvidos, maior será a condutividade elétrica da água.. O parâmetro condutividade elétrica não determina, especificamente, quais os íons que estão presentes em determinada amostra de água, mas pode se usado como um indicador de poluição da água. Quanto mais baixa for a condutividade da água, melhor será sua qualidade.

A determinação da condutividade pode ser feita através do método eletrométrico, utilizando-se para isso um condutivímetro digital (Fig. 12).



Fig. 12: Condutivímetro

2.3.9.3. Calibração do aparelho

Antes de realizar leituras no aparelho, é preciso fazer uma calibração.

O condutivímetro é calibrado todos os dias (pela manhã), com auxílio de um padrão de condutividade de $1.412 \mu\text{S}/\text{cm}^2$, como segue:

1º) Lavar o eletrodo com jatos de água destilada e enxuga-lo com papel de filtro;

4º) Lavar o eletrodo com várias porções do padrão de condutividade, imergir o eletrodo neste e aguardar o término da calibração, indicada no display do aparelho.

A calibração do aparelho deve ser registrada no LOG-BOOK (ANEXO V)

Ensaio: A condutividade deve ser medida em béquer contendo 100 mL de Água Purificada de acordo com os seguintes estágios:

Estágio 1: Com a célula de condutividade imersa na amostra em repouso, a leitura deve ser menor ou igual a $1,33 \mu\text{S}/\text{cm}$. Caso a condutividade ultrapasse o valor especificado para este estágio, realize o Estágio 2.

Estágio 2: Com a célula de condutividade imersa na amostra, realize novamente a leitura da condutividade com a amostra sob constante agitação. A condutividade deve ser menor ou igual a $2,1 \mu\text{S}/\text{cm}$, caso contrário realize o Estágio 3.

Estágio 3: Em 100 mL de Água Purificada, adicione 0,3 mL de Cloreto de Potássio R (Solução Saturada), homogeneíze e realize a leitura da condutividade e do pH concomitantemente (sob agitação). Anote os resultados obtidos e consulte os critérios de aceitação da tabela 02 a seguir:

Tabela 02: Parâmetros para condutividade obtida no Estágio 3

Parâmetros para condutividade obtida no Estágio 3	
PH	Critério de Aceitação para Condutividade
5,0	$\leq 4,7\mu\text{S/cm}$
5,1	$\leq 4,1\mu\text{S/cm}$
5,2	$\leq 3,6\mu\text{S/cm}$
5,3	$\leq 3,3\mu\text{S/cm}$
5,4	$\leq 3,0\mu\text{S/cm}$
5,5	$\leq 2,8\mu\text{S/cm}$
5,6	$\leq 2,6\mu\text{S/cm}$
5,7	$\leq 2,5\mu\text{S/cm}$
6,0	$\leq 2,4\mu\text{S/cm}$
6,1	$\leq 2,4\mu\text{S/cm}$
6,2	$\leq 2,5\mu\text{S/cm}$
6,3	$\leq 2,4\mu\text{S/cm}$
6,4	$\leq 2,3\mu\text{S/cm}$
6,5	$\leq 2,2\mu\text{S/cm}$
6,6	$\leq 2,1\mu\text{S/cm}$
6,7	$\leq 2,6\mu\text{S/cm}$
6,4	$\leq 2,3\mu\text{S/cm}$
6,5	$\leq 2,2\mu\text{S/cm}$
6,6	$\leq 2,1\mu\text{S/cm}$
6,7	$\leq 2,6\mu\text{S/cm}$
6,8	$\leq 3,1\mu\text{S/cm}$
6,9	$\leq 3,8\mu\text{S/cm}$
7,0	$\leq 4,6\mu\text{S/cm}$
5,8	$\leq 2,4\mu\text{S/cm}$
5,9	$\leq 2,4\mu\text{S/cm}$

Limite de alerta: $> 2^\circ$ estágio

Limite de ação: fora das especificações de 3° estágio.

Obs₁: Para a aprovação ou reprovação da água, todos os testes devem estar dentro dos limites especificados, tanto para análises físico-químicas, realizadas pelo laboratório físico-químico, como análises microbiológicas, realizada pelo laboratório de microbiologia, localizado nas próprias instalações da Medquímica Indústria Farmacêutica LTDA, onde não sou responsável pelos ensaios.

Obs₂: O preparo de todas as soluções utilizadas para os ensaios descritos acima, estão no ANEXO I.

Obs₃: Caso algum resultado dos ensaios descritos para água purificada, estiver fora do limite de ação, o gerente do setor de produção de líquidos é informado (através do certificado de análise – ANEXO VI) para que sejam tomadas as devidas providências, como limpeza de tubulações, regeneração ou sanitização do sistema de purificação de água para uso industrial;

Caso algum resultado dos ensaios descritos para água purificada estiver fora dos critérios de aceitação, a amostra deve ser considerada REPROVADA e o gerente, supervisores ou seus substitutos responsáveis pelo Controle da Qualidade devem ser imediatamente informados para tomada das devidas providências que devem ser descritas no Certificado de análise ou em documento a ser anexado no mesmo.

Estando todos os resultados dos ensaios descritos no item 2 dentro dos critérios de aceitação, a amostra deve ser considerada APROVADA e o gerente, supervisores ou seus substitutos, responsáveis pelo Controle da Qualidade, devem assinar e datar o Certificado de análise no campo apropriado.

Os setores de líquidos e sólidos devem ser informados sobre a liberação ou não da água purificada, imediatamente após o término das análises físico-químicas e conclusão do Certificado de Análise, através do próprio certificado de análise físico-química da água purificada emitido pelo setor de Controle da Qualidade (ANEXO VI).

3. CONCLUSÃO

Como vimos no decorrer do trabalho, são vários os parâmetro analisados na água destinada à fabricação de medicamentos, que podem vir a acarretar sérios problemas no processo de fabricação, ocasionando em prejuízos para o empreendedor. Por isso, a análise da água é um fator indispensável, não só para garantir a qualidade dos produtos de uma indústria de medicamentos, mas também à saúde humana e ao meio ambiente, podendo também ser usada na identificação de poluições em corpos hídricos subterrâneos e/ou superficiais, ajudando na investigação da causa de contaminações ou até na identificação dos responsáveis.

A água é o constituinte mais característico da terra. Ingrediente essencial da vida, a água é talvez o recurso mais precioso que a terra fornece à humanidade. Embora observa-se em muitos países, tanta negligência e falta de visão com relação a este recurso. É de suma importância, que os seres humanos tenham pela água grande respeito, que procurem manter seus reservatórios naturais preservados. De fato, o futuro da espécie humana e de muitas outras espécies pode ficar comprometido a menos que haja uma melhora significativa na administração dos recursos hídricos terrestres.

BIBLIOGRAFIA

SOUZA, A. A. et al. Farmacopéia Brasileira. 3ª Ed. São Paulo: Andrei, 1997.

ASSUMPÇÃO, R. M. V. et al. Manual de Soluções, Reagentes. 2ª Ed. São Paulo: Edgard Blucher, 1998.

SANFELICE, A.C. et al. Farmacopéia Brasileira. 4ª Ed. 6º Fascículo. *Técnicas de Análise Farmacêuticas*. Publicado no **DIÁRIO OFICIAL DA UNIÃO, República Federativa do Brasil, Imprensa Nacional. Brasília, 31 de outubro de 2005.**

GIL, Orlando; MATIAS; SERRANO. Controle Físico Químico de Qualidade de Medicamentos. 1ª Ed. Campo Grande: Uniderp, 2005.

ANEXO I

PREPARO DAS SOLUÇÕES UTILIZADAS NA ANÁLISE E TRATAMENTO DA ÁGUA

- ✓ **Solução KCl R Saturada:** Em balão volumétrico de 50 mL, dissolva 17,0 g de KCl em água purificada. Após dissolução, complete o volume do balão com água purificada.
- ✓ **Solução de Ácido Sulfúrico R Diluído:** Adicione cuidadosamente, pelas paredes de um balão volumétrico de 100 mL, 5,5 mL de Ácido Sulfúrico P.A. em 60 mL de água purificada. Aguarde a mistura atingir a temperatura ambiente e adicione água purificada até completar o volume do balão.
- ✓ **Permanganato de Potássio 0,02 M:** 20 mL de solução padrão de permanganato de potássio (0,1 M) diluídos em 100 mL de água purificada (ou 3,2 g de permanganato de potássio PA diluídos em 1000 mL de água purificada. Mantenha a temperatura entre 60 e 70°C por duas horas e filtre a solução usando funil de vidro sinterizado. Acondicionar a solução em frasco âmbar.
- ✓ **Permanganato de Potássio Solução Padrão (0,1 M):** Dissolva 15,96 g de permanganato de potássio PA em 1 litro de água e mantenha a temperatura entre 60 e 70°C por duas horas e filtre a solução usando funil de vidro sinterizado. Acondicione a solução filtrada obtida em frasco âmbar.
- ✓ **Ácido Nítrico R Diluído:** Dilua cuidadosamente pelas paredes de um balão volumétrico de 100 mL, 37,5 mL de Ácido Nítrico P.A. em 60 mL de água purificada. Aguarde a mistura atingir a temperatura ambiente e adicione água purificada até completar o volume do balão.
- ✓ **Nitrato de Prata Solução Reagente R2:** Dissolva, em balão volumétrico de 100 mL, 1,7 g de nitrato de prata em 60 mL de água purificada. Após dissolução, complete o volume com água purificada.
- ✓ **Ácido Clorídrico Diluído R:** Dilua cuidadosamente, pelas paredes de um balão volumétrico de 100 mL, 50 mL de ácido clorídrico P.A. em 30 mL de água purificada. Aguarde a mistura atingir a temperatura ambiente e adicione água purificada até completar o volume do balão.
- ✓ **Iodeto de Potássio Mercúrio Alcalino (Reagente de Nessler):** Dissolva 10 g de iodeto de potássio em 10 mL de água destilada e adicione lentamente, sob agitação, solução saturada de cloreto de mercúrio até aparecer um pequeno precipitado vermelho. A esta mistura adicione uma solução de
- ✓ 30 g de hidróxido de potássio em 60 mL de água destilada, 1 mL da solução saturada de cloreto de mercúrio e dilua com água destilada q.s.p. 200 mL.
- ✓ **Solução Saturada de Cloreto de Mercúrio:** Dissolva 68 g de cloreto de mercúrio em água e complete o volume para 1000 mL.

- ✓ **Solução Padrão de Amônia (1 ppm de NH_3)**: Dilua 40,0 mL de solução padrão de amônia 2,5 ppm (1,0 mL de solução de cloreto de amônio 0,0741% (p/V) em água purificada a 100,0 mL) com água purificada a 100,0 mL.
- ✓ **Critério de Aceitação**: A cor obtida no tubo contendo a Água Purificada não deve ser mais intensa que a cor obtida no tubo contendo a solução padrão de chumbo.
- ✓ **Solução Tampão Acetato pH 3,5**: Dissolva 25,0 g de acetato de amônio em 35,0 mL de água purificada. Adicione 38,0 mL de ácido clorídrico 7 M. Ajuste o pH para 3,5 com ácido clorídrico 2 M ou com hidróxido de amônio 5 M e dilua para 100 mL com água purificada.
- ✓ **Ácido clorídrico 7 M**: Dilua 59,5 mL de ácido clorídrico P.A. em 100 mL de água destilada.
- ✓ **Ácido clorídrico 2 M**: Dilua 17,0 mL de ácido clorídrico P.A. em 100 mL de água destilada.
- ✓ **Hidróxido de amônio 5 M**: Dilua 34 mL de hidróxido de amônio em 100 mL de água destilada.
- ✓ **Padrão de Chumbo 0,1 ppm/mL**: De uma solução estoque de nitrato de chumbo a 0,1% (400 mg de nitrato de chumbo em 250 mL de água destilada, adicionada de 1 mL de ácido nítrico) tome 1 mL e dilua para 10 mL com água destilada, obtendo uma solução padrão de chumbo de 100 ppm. Da solução a 100 ppm, tome 1 mL e dilua para 10 mL com água destilada, obtendo uma solução padrão de chumbo a 10 ppm. Da solução a 10 ppm, tome 1 mL e dilua para 10 mL com água destilada
- ✓ obtendo uma solução padrão de chumbo a 1 ppm. Finalmente, da solução a 1 ppm, tome 1 mL e dilua para 10 mL com água destilada, obtendo a solução padrão de chumbo a 0,1 ppm.
- ✓ **Tioacetamida Reagente**: Misture 0,2 mL da solução de tioacetamida a 4,0% (p/V) e 1 mL da seguinte mistura: 1,5 mL de hidróxido de sódio 1 M, 0,5 mL de água e 2 mL de glicerol. Aqueça em banho Maria durante 20 segundos. Prepare no momento do uso.
- ✓ **Hidróxido de Sódio 1 M**: Dissolva 4,0 g de hidróxido de sódio P.A. em 100 mL de água destilada.
- ✓ **Solução reagente de Difenilamina**: 0,1 g de difenilamina diluída para 100 mL de ácido sulfúrico P.A.
- ✓ **Solução Padrão de Nitrato (2 ppm NO_3)**: De uma solução estoque de nitrato de potássio a 0,163% p/V (163 mg de nitrato de potássio em 100 mL de água destilada), tome 1 mL e dilua para 10 mL com água destilada, obtendo uma solução padrão de nitrato de 100 ppm. Da solução a 100 ppm, tome 1 mL e dilua para 10 mL com água destilada, obtendo uma solução padrão de nitrato a 10 ppm. Finalmente, da solução a 10 ppm, tome 2 mL e dilua para 10 mL com água destilada, obtendo uma solução padrão de nitrato a 2 ppm.

- ✓ **Solução KCl R Saturada:** Em balão volumétrico de 50 mL, dissolva 17,0 g de KCl em água purificada. Após dissolução, complete o volume do balão com água purificada.

ANEXO VI



MEDQUÍMICA INDÚSTRIA FARMACÊUTICA LTDA
RUA OTACÍLIO ESTEVES DA SILVA, 40, GRANJAS BETÂNIA

CEP 36047-400 – C.G.C. 17.875.154/0001-20
JUIZ DE FORA – MG – INDÚSTRIA BRASILEIRA

Certificado de análise físico-química para Água Purificada N° _____

LOCAL DA COLETA: _____ **REANÁLISE? SIM** ____ **/ NÃO** ____

Data da Coleta: ____ / ____ / ____ **Hora:** ____ : ____ **Resp. pela Coleta:** _____

ENSAIO	ESPECIFICAÇÃO			RESULTADOS
Aspecto	Líquido límpido, incolor, inodoro e insípido			
Substâncias Redutoras	Ausentes			
pH	$5,0 \leq \text{pH} \leq 7,0$			
Cloretos	Ausência de turbidez			
Sulfatos	Ausência de turbidez			
Amônia	$\leq 0,2 \text{ ppm}$			
Dureza	$\leq 5,0 \text{ ppm}$			
Metais Pesados	$\leq 0,1 \text{ ppm}$			
Nitratos	$\leq 0,2 \text{ ppm}$			
Condutividade	Estágio			Estágio: ____
	1	2	3	Valor: ____
	$\leq 1,33 \mu\text{S/cm}$	$\leq 2,1 \mu\text{S/cm}$	PH ____ / Cond. $\leq$ ____	

BIBLIOGRAFIAS UTILIZADAS: USP XXIV, Farmacopéia Brasileira 4ª. edição, European Pharmacopoeia 4ª. Edição – 2002, British Pharmacopoeia 1999

RESULTADO:
☐

APROVADA

☐

REPROVADA

OBSERVAÇÕES: _____

HORA DA LIBERAÇÃO: ____ : ____

RESPONSÁVEL PELA ANÁLISE: _____ **DATA:** ____ / ____ / ____

GER. CONTROLE DA QUALIDADE: _____ **DATA:** ____ / ____ / ____

GER. PRODUÇÃO DE LÍQUIDOS: _____ **DATA:** ____ / ____ / ____

GER. PRODUÇÃO DE SÓLIDOS: _____ **DATA:** ____ / ____ / ____

ANEXO VII

DESENHO ESQUEMÁTICO DO SISTEMA DE OBTENÇÃO DE ÁGUA PURIFICADA

LEGENDA:

- 1 - POÇO
- 2 - FILTRO DE AREIA 15micra
- 3 - RESERVATÓRIO DE 10.000 L
- 4 - RESERVATÓRIO DE 200 L DE C E BOMBA DOSADO
- 5 - FILTRO DE AREIA 15micra
- 6 - FILTRO DE CARVÃO ATIVADO

- 7 - RESINA CATIÔNICA
- 8 - RESINA ANIÔNICA
- 9 - LEITO MISTO
- 10 - CONDUTIVIMETRO
- 11 - FILTRO DE CARTUCHO DE 3µ
- 12 - ULTRA VIOLETA I
- 13 - CAIXA D'ÁGUA DE 500 L DO SISTEM

RECIRCULAÇÃO

- 14 - ALMOXARIFADO DE MATÉRIA PRIMA I
- 15 - TANQUE DE LIMPEZA DO SETOR DE SÓLIDOS
- 16 - SALA DE REVESTIMENTO DO SETOR DE SÓLIDOS
- 17 - TANQUE DE LIMPEZA DO SETOR DE LÍQUIDOS
- 18 - ULTRA VIOLETA II
- 19 - TANQUE DE 3.000L DO SETOR DE LÍQUIDOS
- 20 - TANQUE DE 5.000L DO SETOR DE LÍQUIDOS
- 21 - TANQUE DE 1.000L C/ AQUECIMENTO DO SET

ADICÃO DE SOLUÇÃO DE CLORO

CIRCULAÇÃO DA ÁGUA (PVC)

CIRCULAÇÃO DA ÁGUA (INOX 304)

PONTOS DE COLETA PARA ANÁLISE

FQ = ANÁLISE FÍSICO-QUÍMICA

MC = ANÁLISE MICROBIOLÓGICA

