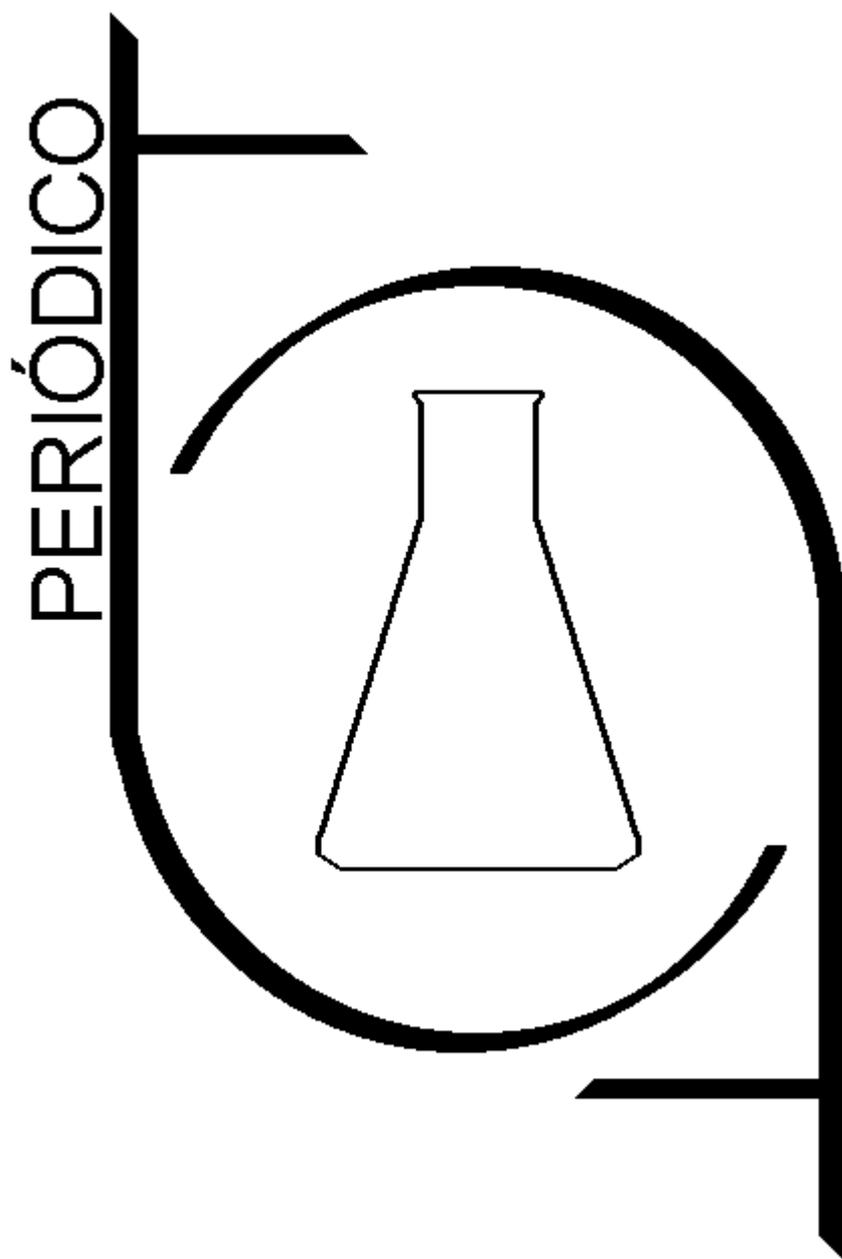


# Tchê Química

Volume 10 - Número 19 - 2013 ISSN 2179-0302



**Órgão de divulgação científica e informativa**

**[www.periodico.tchequimica.com](http://www.periodico.tchequimica.com)**

PERIÓDICO

# Tchê Química

Volume 10 – Número 1 – 2013

ISSN 2179 - 0302

Órgão de divulgação científica e informativa.

## Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

Periódico Tchê Química: órgão de divulgação científica e informativa [recurso eletrônico] / Grupo Tchê Química – Vol. 1, n. 1 (Jan. 2004)- . – Porto Alegre: Grupo Tchê Química, 2005 - Semestral.

Sistema requerido: Adobe Acrobat Reader.

Modo de acesso: World Wide Web:

<<http://www.tchequimica.com>>

<<http://www.tchequimica.tk>>

Descrição baseada em: Vol. 5, n. 10 (ago. 2008).

ISSN 1806-0374

ISSN 1806-9827 (CD-ROM)

1. Química. I. Grupo Tchê Química.

CDD 540

## Bibliotecário Responsável

Ednei de Freitas Silveira

CRB 10/1262

# PERIÓDICO Tchê Química

Volume 10 – Número 19 – 2013

ISSN 2179 - 0302

Órgão de divulgação científica e informativa.

## Comissão Editorial

### Editores-chefe

- Dr. Luis Alcides Brandini De Boni, [deboni@tchequimica.com](mailto:deboni@tchequimica.com)
- Me. Eduardo Goldani, [goldani@tchequimica.com](mailto:goldani@tchequimica.com)

### Editores técnicos

- Ednei de Freitas Silveira  
– *Bibliotecário Responsável*
- Dr. Francisco José Santos Lima, [lima@tchequimica.com](mailto:lima@tchequimica.com), Brasil, UFRN.
- Dr. Carlos Eduardo Cardoso, [cardoso@tchequimica.com](mailto:cardoso@tchequimica.com), Brasil, USS.
- Dr. Sérgio Machado Corrêa, [correa@tchequimica.com](mailto:correa@tchequimica.com), Brasil, UERJ.

## Corpo Editorial

### Membros

- Dr. Lavinel G. Ionescu, [lavinel@tchequimica.com](mailto:lavinel@tchequimica.com), Brasil, RS.
- Dra. Mônica Regina da Costa Marques, [aguiar@tchequimica.com](mailto:aguiar@tchequimica.com), Brasil, UERJ.
- Dr. José Carlos Oliveira Santos, [zecarlosufcg@tchequimica.com](mailto:zecarlosufcg@tchequimica.com), Brasil, UFCG.
- Dr. Alcides Wagner Serpa Guarino, [guarino@tchequimica.com](mailto:guarino@tchequimica.com), Brasil, UNIRIO.
- Dr. Murilo Sérgio da Silva Julião, [juliao@tchequimica.com](mailto:juliao@tchequimica.com), Brasil, UVA
- Dra. Denise Alves Fungaro, [fungaro@tchequimica.com](mailto:fungaro@tchequimica.com), Brasil, IPEN.
- Me. César Luiz da Silva Guimarães, [guimaraes@tchequimica.com](mailto:guimaraes@tchequimica.com), Brasil, FIMCA.
- Dr. Lívio César Cunha Nunes, [nunes@tchequimica.com](mailto:nunes@tchequimica.com), Brasil, UFPI.
- Dr. Daniel Ricardo Arsand, [arsand@tchequimica.com](mailto:arsand@tchequimica.com), Brasil, IFFarroupilha.
- Dra. Roseli Fernandes Gennari, [gennari@tchequimica.com](mailto:gennari@tchequimica.com), Brasil, USP.
- Dr. Márcio von Mühlen, [vonmuhlen@tchequimica.com](mailto:vonmuhlen@tchequimica.com), EUA, MIT.
- Dr. Élcio Jeronimo de Oliveira,

[elcio@tchequimica.com](mailto:elcio@tchequimica.com), Brasil, CTA.

- Dr. Rodrigo Brambilla, [brambilla@tchequimica.com](mailto:brambilla@tchequimica.com), Brasil, UFRGS.
- Masurquede de Azevedo Coimbra, [coimbra@tchequimica.com](mailto:coimbra@tchequimica.com), Brasil, UFRGS.
- Me. Aline Maria dos Santos, [santos@tchequimica.com](mailto:santos@tchequimica.com), SP.
- Me. Gabriel Rubensam, [grubensam@tchequimica.com](mailto:grubensam@tchequimica.com), Brasil, UFRGS.
- Me. Moisés Rômolos Cesário, [romolos@tchequimica.com](mailto:romolos@tchequimica.com), Brasil, UFRN.

### Periódico Tchê Química

ISSN - 1806-0374 (Print)  
ISSN - 1806-9827 (CD-ROM)  
ISSN - 2179-0302 (Online)  
Divulgação *on-line* em  
<http://www.periodico.tchequimica.com>  
<http://www.journal.tchequimica.com>  
<http://www.tchequimica.com>

Esta revista é indexada e resumida pelo CAS\*, DOAJ\*, Sumários.org e Latindex.

\* CAS (*Chemical Abstracts Service, a division of the American Chemical Society.*)

\* DOAJ (*Directory of Open Access Journals*)

### Missão

O Periódico Tchê Química (PTQ) publica artigos de pesquisa originais, artigos de revisão, notas curtas (publicações científicas), revisões de livros, artigos de fórum, editoriais e entrevistas. Pesquisadores de todos os países são convidados a publicar nas páginas do PTQ.

A responsabilidade sobre os artigos é de exclusividade dos autores.

### Correspondências

Rua Anita Garibaldi, 359/603.  
Bairro Mon't Serrat. CEP: 90450-001  
Porto Alegre – RS. Brasil.  
Skype: tchequimica  
[www.periodico.tchequimica.com](http://www.periodico.tchequimica.com)  
[tchequimica@tchequimica.com](mailto:tchequimica@tchequimica.com)

# Índice

Agenda - 87

Instruções para publicação / Instructions for publications - 88

Notas rápidas/Short reports – 88

## Artigo / Article

BARBOSA, Andréa Francisca Fernandes; MOURA, Dayanne Chianca; HUSSEIN, Fabiana Roberta Gonsalves da Silva; MELO, Jailson Vieira; SILVA, Djalma Ribeiro.

UFRN

**OTIMIZAÇÃO DA PREPARAÇÃO DE AMOSTRA NA DETERMINAÇÃO DE HPA'S NUMA VISÃO GEOMÉTRICA UTILIZANDO A TÉCNICA DE FLUORESCÊNCIA MOLECULAR**

*OPTIMIZATION OF SAMPLE PREPARATION FOR THE DETERMINATION OF HPA'S VISION IN A GEOMETRIC TECHNIQUE USING MOLECULAR FLUORESCENCE*

Página – 6

## Artigo / Article

DE BONI, Luis Alcides Brandini; CRIVELETTO, Vagner; CAMANA, Marcos

MICROMAZZA PMP

**PROCESSO LABORATORIAL PARA O REAPROVEITAMENTO DO MOLDE CERÂMICO PROVENIENTE DA MICROFUSÃO**

*LABORATORY PROCESS FOR THE RECLAIMING OF THE CERAMICS MOLD FROM THE INVESTMENT CASTING*

Página – 19

## Artigo / Article

FAILLACE, Jacyra Guimarães; MEDEIROS, Marta Eloisa

IFRJ e UFRJ

**SÍNTESE DO CROMITO DE COBRE (II)**

*SYNTHESIS OF COOPER CHROMITE (II)*

Página – 30

## Artigo / Article

PEREIRA, Carlos Eduardo; OLIVEIRA, Noé de; BENEDETTI FILHO, Edemar; FIORUCCI, Antonio Rogério

UEMS e UFSCAR

**O USO DE UM INSTRUMENTO DE MEDIÇÃO NO ENSINO MÉDIO PARA UMA MELHOR COMPREENSÃO DOS FENÔMENOS QUÍMICOS**

*THE USE OF MEASUREMENT INSTRUMENTS IN HIGH SCHOOL FOR A BETTER UNDERSTANDING OF CHEMICAL PHENOMENA*

Página - 12

## Artigo / Article

KUPATADZE, Ketevan

ILIA STATE UNIVERSITY

**COMO PREPARAR AULAS DE QUÍMICA MAIS FÁCEIS E COMPREENSÍVEIS (UM EXEMPLO DE PROGRAMA CONCRETO)**

*HOW TO MAKE LESSONS OF CHEMISTRY MORE UNDERSTANDING AND EASY (ON AN EXAMPLE OF CONCRETE PROGRAM)*

Página – 24

## Artigo / Article

Costa, Luiz Henrique Medeiros da; Lima, Francisco José Santos; e Silva, Ademir Oliveira da

UFRN

**SÍNTESE, COMPLEXOMETRIA, ANÁLISE TÉRMICA E CONDUTÂNCIA MOLAR DOS CLORETOS DE LANTÂNIO, NEODÍMIO E ÉRBIU HIDRATADOS**

*SYNTHESIS, COMPLEXOMETRY, THERMAL ANALYSIS AND MOLAR CONDUCTANCE OF LANTHANUM CHLORIDE, NEODYMIUM AND ERBIUM HYDRATED*

Página – 38

**Artigo / Article**

TARGINO, Ozaina Alves; SOUZA, Luan Duarte; FALCONIERI, Antonio Gautier Farias

**UERN**

**PIBID/UERN – UMA VISÃO AVALIATIVA DA GESTÃO ESCOLAR E ATUAÇÃO DOCENTE EM UMA INSTITUIÇÃO PÚBLICA DE ENSINO**

*PIBID/ UERN- AN EVALUATIVE OVERVIEW OF SCHOOL MANAGEMENT AND TEACHING PRACTICE IN A PUBLIC INSTITUTION OF EDUCATION*

Página - 46

**Artigo / Article**

GOMES, Débora C. V.; COSTA, D. A.; ARAÚJO, E. J. F. de; BATISTA, Paula do N.; ROCHA, Márcio dos S.; CAVALCANTE, Ana Amélia de C. Melo; NUNES, Lívio Cesar Cunha

**UFPI**

**AVALIAÇÃO ANTIOXIDANTE DO SUCO DE CAJU (ANACARDIUM OCCIDENTALE LINN) EM SACCHAROMYCES CEREVISIAE ANTES E APÓS SECAGEM POR ASPERSÃO (SPRAY DRYING)**

*EVALUATION OF ANTIOXIDANT JUICE CASHEW (Anacardium occidentale Linn) IN Saccharomyces cerevisiae BEFORE AND AFTER DRYING SPRAY*

Página - 57

**Artigo / Article**

AGRAWAL, R; MARGANDAN, K; SINGH, K; ACHARYA, R; SHARMA, S; QANUNGO, K

**DEEMED UNIVERSITY**

**FABRICAÇÃO E TESTE DO NÍVEL INTERMEDIÁRIO DE FILTROS DE DESFLUORIZAÇÃO BASEADOS EM ALUMINA ATIVADA**

*FABRICATION AND TESTING OF INTERMEDIATE LEVEL ACTIVATED ALUMINA BASED DEFLUORIDATION FILTERS*

Página - 65

**Artigo / Article**

VILARINHO, Ana C. Sousa G.; SOARES SOBRINHO, José L.; SOARES, Monica Felts de La Roca; NUNES, Lívio Cesar Cunha

**UFPI**

**CARACTERIZAÇÃO DO FÁRMACO ANTIRRETROVIRAL EFAVIRENZ A PARTIR DO MÉTODO DE DISSOLUÇÃO INTRÍNSECA**

*CHARACTERIZATION OF DRUG ANTIRETROVIRAL EFAVIRENZ FROM THE METHOD OF INTRINSIC DISSOLUTION*

Página – 81



## OTIMIZAÇÃO DA PREPARAÇÃO DE AMOSTRA NA DETERMINAÇÃO DE HPA'S NUMA VISÃO GEOMÉTRICA UTILIZANDO A TÉCNICA DE FLUORESCÊNCIA MOLECULAR



### OPTIMIZATION OF SAMPLE PREPARATION FOR THE DETERMINATION OF HPA'S VISION IN A GEOMETRIC TECHNIQUE USING MOLECULAR FLUORESCENCE

BARBOSA, Andréa Francisca Fernandes(\*)<sup>1</sup>; MOURA, Dayanne Chianca<sup>2</sup>; HUSSEIN, Fabiana Roberta Gonsalves da Silva<sup>3</sup>; MELO, Jailson Vieira<sup>4</sup>; SILVA, Djalma Ribeiro<sup>5</sup>.

<sup>1</sup>Universidade Potiguar, Unidade de Engenharia, Av. Nascimento de Castro, 1597, CEP 59056-450, Natal-RN, Brasil (fone: 84 40091414);

<sup>2,3,4,5</sup> Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Instituto de Química, Campus Universitário, Lagoa Nova, CEP 59078-970, Natal-RN, Brasil

\*Autor Correspondente

\*e-mail: [andreabarbosa@unp.br](mailto:andreabarbosa@unp.br)

Received 24 July 2012; accepted 30 August 2013

#### RESUMO

A preparação de amostra é considerada uma etapa primordial no processo de análise. A complexidade da matriz e a forma como os compostos estão ligados é uma das principais dificuldades na extração. Assim um sistema de solvente aliado a um método de extração, ambos precisam ser eficientes frente a esses percalços. Neste trabalho utilizou-se o planejamento fatorial  $2^3$  para determinar as condições ótimas para a preparação da amostra. A análise das amostras foram realizadas em um Espectrofotômetro de fluorescência molecular. Os fatores escolhidos para investigar a influência no sistema de extração foram: tempo de utilização do ultrassom, o tipo de solvente (hexano ou diclorometano) e proporção solvente/amostra (1:1 e 1:3). O melhor resultado foi obtido com a utilização do diclorometano, com o tempo de 10 min de ultrassom e a proporção solvente/amostra 1:3.

**Palavras-chave:** *Visão Geométrica, Preparação de Amostra, Fluorescência Molecular, Planejamento Fatorial  $2^3$*

#### ABSTRACT

The sample preparation is considered an essential step in the analysis process. The complexity of the matrix and how the compounds are linked is one of the main difficulties in the extraction. Thus a solvent system combined with an extraction method, both need to be effective against such mishaps. In this work we used the  $2^3$  factorial design to determine the optimum conditions for sample preparation. The analysis of the samples were performed in a molecular fluorescence spectrophotometer. The factors selected to investigate the influence on the extraction system were: time of use of ultrasound, the type of solvent (hexane or dichloromethane) and ratio solvent / sample (1:1 and 1:3). The best result was obtained with using the dichloromethane in time of 10 min of ultrasound and the ratio solvent / sample 1:3.

**Keywords:** *geometric vision, sample preparation, molecular fluorescence, factorial design*

## INTRODUÇÃO

Qualquer amostra, sendo ela orgânica ou inorgânica, necessita passar pela etapa de preparação antes de ser analisada. A preparação da amostra exige uma criteriosa extração pois essa etapa é determinante para a análise da mesma. O sistema de extração ideal deve permitir que todos os compostos de interesse presentes na amostra sejam totalmente extraídos para a fase orgânica para que se tenha um resultado confiável, evitando-se assim, os falsos positivos, embora a incerteza esteja presente. A preparação da amostra requer tempo para extrair os analitos de interesse. A água mesmo sendo um solvente universal não é adequado para análise, pois a mesma mascara os resultados, não havendo absorção dos compostos neste meio por fluorescência molecular. A literatura apresenta várias metodologias para extração de orgânicos em amostras aquosas, entretanto essas metodologias não justificam a escolha do solvente no processo de extração. Por isso, foi utilizado um planejamento fatorial  $2^3$  (Barros, 2003; Rodrigues, 2005) com interpretação num cubo geométrico 3D para analisar os resultados e determinar a combinação adequada. A visão estatística de um planejamento fatorial  $2^3$  fornece a condição ótima para preparação da amostra e posterior análise (Leite, 2005). Os parâmetros utilizados neste planejamento foram: tipo de solvente (diclorometano ou hexano); proporção solvente/amostra; e a influência do ultrassom. A resposta foi obtida através de um Espectrofotômetro de Fluorescência Molecular (Queiroz *et al.* 2005). A integração da área dos picos dos espectros foram calculadas e associadas à concentração dos analitos em cada amostra do planejamento fatorial que resultou em 8 experimentos. Essa área foi calculada através da relação comprimento de onda (nm) versus intensidade do pico em cada uma das 8 amostras obtidas.

A amostra sintética preparada continha os 16 HPAs (Hidrocarbonetos Policíclicos Aromáticos) prioritários pela USEPA (*United States Environmental Protection Agency*) (Bohm *et al.* 2002) como forma de observar a eficiência de extração daquela amostra.

Os HPAs são compostos orgânicos provenientes do petróleo que apresentam uma estrutura cíclica variando de dois a seis anéis.

Eles têm recebido mais atenção desde que foram encontrados no solo pela primeira vez (Blumer, 1975, p. 53-55; Sissino *et al.* 2003; Artiola, 2004; USEPA, 1999). Os HPAs recebem uma atenção considerável devido às propriedades mutagênicas, teratogênicas e carcinogênicas de alguns deles (Costa, 2001; Yu *et al.* 2004; Arbex, 2001).

Neste trabalho os HPAs foram analisados pela técnica de Fluorescência Molecular no ultravioleta (Queiroz *et al.* 2005; Atkins, 2002), que tem sido amplamente empregada, devido à rapidez e facilidade analítica, ao custo relativamente baixo e a alta sensibilidade. Entretanto, esse método apresenta limitação capaz de diferenciar hidrocarbonetos diferentes, (Neves, 2006). Os principais objetivos foram: 1) investigar a influência de três fatores que são considerados determinantes no processo de extração: tipo de solvente (Cienfuegos, 2002); proporção solvente/amostra; utilização do ultrassom (Kummrow, 2004) – utilizando a técnica analítica de fluorescência molecular, 2) utilizar a interpretação geométrica para determinar a condição ótima de extração líquido-líquido dos HPAs (Giessing, 2003).

## DESENVOLVIMENTO

Neste trabalho foi utilizado uma amostra sintética de água deionizada contaminada com os 16 HPAs prioritários (Boehm *et al.* 2002). Utilizou-se um planejamento fatorial  $2^3$  para verificar a melhor combinação do sistema de extração da amostra sintética (Brito, 2003).

A combinação dos três fatores (tipo de solvente, proporção solvente/amostra, uso do ultrassom) em dois níveis (mínimo e máximo) resultou em 8 ensaios para a extração líquido-líquido das amostras sintéticas de água como mostra a Tabela 1.

A extração das amostras dos 8 experimentos foram realizadas aleatoriamente (através de sorteio) a fim de se diminuir a propagação de erros.

Depois de submetidas às combinações do planejamento fatorial, os extratos orgânicos foram levados ao espectrofotômetro de fluorescência para serem analisados. Os espectros obtidos do espectrofluorímetro foram plotados no software Origin Pro 7.5 para

posterior cálculo da área (Barbosa, 2008).

As 8 combinações do planejamento fatorial  $2^3$  estão apresentadas na Tabela 2 com seus respectivos níveis mínimo (-) e máximo (+) de cada experimento.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO:

Os resultados em termos de concentração, obtidos dos espectros de fluorescência molecular (Castillo, 2004) através da relação comprimento de onda (nm) versus intensidade de cada solução sintética obtida, foram colocados em um cubo geométrico 3D para se determinar o melhor sistema de extração da amostra sintética preparada. E por fim verificar qual o tipo de influência de cada fator investigado. A interpretação do cubo geométrico nos permitiu identificar como os fatores influenciam no sistema de extração da amostra.

Cada um dos 8 vértices do cubo corresponde às respostas (concentrações dos extratos orgânicos nas 8 combinações do planejamento  $2^3$ ) que pode ser verificado na representação da Figura 1.

Observando o cubo da Figura 1, pode-se verificar que o uso do solvente diclorometano (nível máximo (+)) influencia positivamente na extração, uma vez que apresenta uma elevação na concentração em todos os ensaios nos quais ele é utilizado. Contudo, consegue-se uma otimização do processo quando se utiliza o diclorometano juntamente com a proporção solvente/amostra 1:3 (também nível máximo (+)). O fato do diclorometano possuir um poder de extração superior ao hexano se deve ao valor do seu índice polar. O hexano apresenta um índice polar bastante baixo em comparação ao diclorometano. Além disso, o hexano apresenta uma toxicidade maior por ser um solvente bastante volátil. Analisando o cubo geométrico quando comparamos os vértices: 1 com 2; 3 com 4; 5 com 6; 7 com 8, verificamos um aumento nas respostas. Isso evidencia positivamente a influência do uso do diclorometano. Para analisar a proporção solvente/amostra comparamos os vértices 1 com 5; 2 com 6; 3 com 7; 4 com 8. Percebe-se que as melhores respostas são obtidas através da proporção 1:3 solvente/amostra. E por fim analisamos a influência do uso do ultrassom

comparando-se as respostas dos vértices 1 com 3; 2 com 4; 5 com 7; 6 com 8. Verifica-se também que o uso do ultrassom aumenta significativamente as respostas.

## CONCLUSÕES:

A otimização do processo de extração de HPAs de uma amostra aquosa exige alguns requisitos que devem ser levados em consideração para se ter um resultado confiável, evitando-se assim os falsos positivos. Por isso, o trabalho acima descrito foi realizado com a ajuda de um planejamento fatorial que permitiu verificar a influência dos fatores combinados em seus dois níveis, mínimo e máximo. Portanto, a combinação do planejamento fatorial  $2^3$  utilizando o solvente diclorometano na proporção 1:3 solvente/amostra com agitação no ultrassom forneceu uma melhor e satisfatória resposta, indicando assim, uma eficiente extração dos compostos de interesse. A utilização da interpretação geométrica do cubo revelou que:

- Pôde-se observar uma diferença entre os dois tipos de solventes utilizados, entretanto, não pode-se descartar a possibilidade do uso do hexano que também apresentou bons valores na extração dos HPAs;
- A proporção 1:3 mostrou em todas as combinações valores representativos quando na sua interação entre o diclorometano, e;
- A utilização do ultrassom indiscutivelmente favorece a recuperação dos HPAs.

## AGRADECIMENTOS:

Ao laboratório de pesquisa NUPRAR da UFRN que contribuiu para realização das análises.

## REFERÊNCIAS:

- ARBEX, M. A., **Avaliação dos Efeitos do Material Particulado Proveniente da Queima da Plantação da Queima de cana-de-açúcar sobre a Morbidade Respiratória na População de Arara-guara - SP**. 2001. 188 f. Tese (Doutorado em Medicina) - Faculdade de Medicina da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2001. p. 46.

2. ARTIOLA, J. F. **Environmental Monitoring and Characterization**. USA: Elsevier, 2004, p. 284. ISBN: 0120644770.
3. ATKINS, Peter; PAULA, Julio de. **Físico-Química**. 7. ed. Rio de Janeiro: Ed. LTD, 2002. vol. 2, p. 268-269.
4. BARBOSA, A. F. F., **Otimização de metodologias para determinação de hidrocarbonetos policíclicos aromáticos: aplicação em água do Rio Potengi**, 2008, 162f, tese (Doutorado em química) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Centro de Ciências Exatas e da Terra. Programa de Pós-Graduação em Química.
5. BARROS NETO, Benício de; SCARMINIO, Ieda Spacino; BRUNS, Roy Edward. **Como fazer experimentos: pesquisa e desenvolvimento na indústria**. 2. ed. Campinas – SP: Ed. UNICAMP, 2003. p. 95-103.
6. BLUMER, M.; YONUMBLOOD, W. W. Polycyclic Aromatic Hydrocarbons in Soils and Recent Sediment, **Science**, v. 188, n. 4183, p. 53-55, 1975. Disponível em: <https://www.sciencemag.org/cgi/content/abstract/188/4183/53>.
7. BOEHM, P.D.; LORETI, C. P.; ROSENSTEIN A. B.; RURY, P. M., **A Guide to Polycyclic Aromatic Hydrocarbons for the Non-Specialist**, **American Petroleum Institute**, fev. 2002. p. 2-4.
8. CIENFUEGOS, Freddy. **Tabelas Químicas**. Rio de Janeiro: Interciência, 2002. p. 92.
9. COSTA, A. F., **“Avaliação da Contaminação Humana por Hidrocarbonetos Policíclico Aromáticos (Hpas): 1-Hidróxido Pireno Urinário”**. 2001. 81f. Dissertação (Mestrado em saúde pública) – Escola Nacional de Saúde Pública, Rio de Janeiro, 2001. p. 2-10.
10. BRITO, Natilene Mesquita; et. al. Validação de Métodos Analíticos: Estratégia e Discussão, **Pesticidas: Revista Ecotoxicologia e Meio Ambiente**, v. 13, jan./dez. 2003. p. 129-146. Disponível em: <http://ojs.c3sl.ufpr.br/ojs2/index.php/pesticidas/issue/view/333>. Acesso em: 21/05/2007.
11. CASTILLO, A. S.; et. al. Heavy Atom Induced Room Temperature Phosphorescence: a Tool for the Analytical Characterization of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons, **Analytica Chimica Acta**, v. 516, n. 1-2, p. 213–220, 19 jul. 2004. Disponível em: [http://www.sciencedirect.com/science?\\_ob=ArticleURL&\\_udi=B6TF4-4CF5DV7-5&\\_user=687335&\\_coverDate=07%2F19%2F2004&\\_alid=970373623&\\_rdoc=13&\\_fmt=high&\\_orig=search&\\_cdi=5216&\\_sort=r&\\_docanchor=&view=c&\\_ct=15&\\_acct=C000037878&\\_version=1&\\_urlVersion=0&\\_userid=687335&md5=5ae2cf72849eb83961e12036b7f5090c](http://www.sciencedirect.com/science?_ob=ArticleURL&_udi=B6TF4-4CF5DV7-5&_user=687335&_coverDate=07%2F19%2F2004&_alid=970373623&_rdoc=13&_fmt=high&_orig=search&_cdi=5216&_sort=r&_docanchor=&view=c&_ct=15&_acct=C000037878&_version=1&_urlVersion=0&_userid=687335&md5=5ae2cf72849eb83961e12036b7f5090c).
12. Fernandes, P. R. N.; Pinheiro, L. S.; Nascimento, R. F. do; Soares, S. de A.; **Avaliação da presença de hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (hpas) em ligante asfáltico brasileiro**. 4º PD-PETRO, Campinas, SP, 2007. Disponível em: [http://www.portalabpg.org.br/PD-Petro/4/resumos/4PDPETRO\\_6\\_2\\_0392-1.pdf](http://www.portalabpg.org.br/PD-Petro/4/resumos/4PDPETRO_6_2_0392-1.pdf). Acessado em: 07/08/2012.
13. GIESSING, A., M. B.; MAYER, L. M.; FORBES, T. L., Synchronous Fluorescence Spectrometry of 1-Hydroxypyrene: a Rapid Screening Method for Identification of PAH Exposure in Tissue from Marine Polychaetes, **Marine Environmental Research**, v. 56, n.5, p. 599-615, dez. 2003.
14. KUMMROW, F. et. al. Uso da técnica de Blue rayon in situ para extração/concentração de compostos orgânicos policíclicos genotóxicos em ambientes aquáticos. In: IV CONGRESSO BRASILEIRO DE PESQUISAS AMBIENTAIS E SAÚDE - CBPAS 2004, Santos. **Anais do CBPAS**, Santos: Universidade Católica de Santos, 2004, v. 39, p. 39.
15. LEITE, F., **Validação em Análise Química**. 4. ed. Campinas – SP: Ed. Átomo, 2005.
16. NEVES, Roberta Lyrio Santos. **Avaliação da Contaminação de Óleo no Ambiente Estuarino da Baía De Guanabara (RJ) pela Determinação Fluorimétrica de Hidrocarbonetos Policíclicos Aromáticos (HPA's) na BÍlis de Peixes Mugil Liza**. 2006. 120 f. Dissertação (Mestrado em Química) - Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Programa de Pós- Graduação em Química, Rio de Janeiro, 2006.

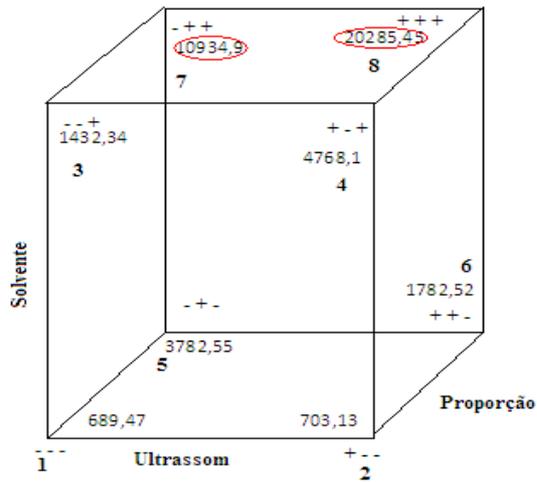
17. QUEIRÓS, Y. G. C.; CLARISSE, M. D.; OLIVEIRA, R. S.; REIS, B. D.; TRAVALLONI, A. M.L. E LUCAS, E. F.; **DETERMINAÇÃO E CORRELAÇÃO DO TEOR TOTAL DE ÓLEOS E GRAXAS POR MEIO DE DIFERENTES TÉCNICAS ESPECTROSCÓPICAS E GRAVIMÉTRICA**, 3º Congresso Brasileiro de P&D em Petróleo e Gás, 2005.
18. RODRIGUES, Maria Isabel; IEMMA, Antonio Francisco. **Planejamento de Experimentos e Otimização de Processos**. 1. ed. Campinas – SP: Ed. Casa do Pão, 2005.p. 4-6.
19. SISINNO, C. L. S.; NETTO, A. D. P.; Rego, E. C. P.; LIMA, G. dos S. V.; **Hi-drocarbonetos policíclicos aromáticos em resíduos sólidos industriais: uma avaliação preliminar do risco potencial de contaminação ambiental e humana em áreas de disposição de resíduos**, Cad. Saúde Pública, Rio de Janeiro, 19(2), 2003. p. 671-676.
20. YU, Ming-Ho. **Environmental Toxicology: Biological and Health Effects of Pollutants**, 2. ed. New York: Editora CRC Press, 2004. p. 36-41.
21. USEPA – UNITED STATE ENVIRONMENT PROTECT AMBIENTAL, **Compendium of Methods for Toxic Organic Air Pollutants**, Second Edition, 625/R-96/010b, January 1999, p 13.

**Tabela 1** - Fatores utilizados na análise com os respectivos valores dos níveis mínimo (-) e máximo (+).

Fatores	Níveis	
	(-1)	(+1)
Solvente	Hexano	Diclorometano
Proporção Solvente/Amostra	1:1	1:3
Ultrassom	Sem	Com

**Tabela 2** - Matriz de planejamento dos ensaios.

Ensaio	Solvente	Proporção Solvente/Amostra	Ultrassom
1	-	-	-
2	+	-	-
3	-	+	-
4	+	+	-
5	-	-	+
6	+	-	+
7	-	+	+
8	+	+	+



**Figura 1** - Representação do cubo com as respostas em cada um dos oito vértices referentes aos oito ensaios do planejamento fatorial  $2^3$ .



# O USO DE UM INSTRUMENTO DE MEDIÇÃO NO ENSINO MÉDIO PARA UMA MELHOR COMPREENSÃO DOS FENÔMENOS QUÍMICOS

## THE USE OF MEASUREMENT INSTRUMENTS IN HIGH SCHOOL FOR A BETTER UNDERSTANDING OF CHEMICAL PHENOMENA



PEREIRA, Carlos Eduardo<sup>1</sup>; OLIVEIRA, Noé de<sup>1</sup>; BENEDETTI FILHO, Edemar<sup>2</sup>; FIORUCCI, Antonio Rogério<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup>Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul, Curso de Química Licenciatura, Cidade Universitária de Dourados - Caixa postal 351 - CEP: 79804-970, Dourados – MS, Brasil  
fone: + 55 (67) 3902-2651 / Fax: (67) 3902-2652

<sup>2</sup>Universidade Federal de São Carlos, Curso de Química Licenciatura, Campus Sorocaba, Rodovia João Leme dos Santos (SP-264), Km 110, CEP: 18052-780, Sorocaba – SP, Brasil

\*Autor correspondente

e-mail: [arfiorucci@yahoo.com.br](mailto:arfiorucci@yahoo.com.br)

Received 20 February 2013; received in revised form 04 March 2013; accepted 10 March 2013

### RESUMO

Apesar da importância da disciplina Química, muitas são as dificuldades encontradas para que o aluno consiga relacionar os seus conceitos com a sua prática experimental. Baseando-nos na importância da fenomenotécnica de Bachelard e das atividades experimentais no ensino de Química foi proposta uma atividade experimental com medidas de condutividade elétrica usando um condutivímetro portátil em sala de aula para melhor compreensão de conceitos e fenômenos químicos. O trabalho descrito também tem como finalidade demonstrar aos alunos de ensino médio que o uso de instrumentos de medição na química é muito comum atualmente. A atividade experimental proposta envolvendo medidas de condutividade elétrica de soluções aquosas foi desenvolvida para uma turma do segundo ano do ensino médio em uma escola estadual em Dourados – MS. A análise da atividade proposta foi feita por registros através de gravações, da elaboração de um diário de campo e de um questionário respondido pelos alunos com o intuito de verificar a aprendizagem. A principal conclusão do estudo foi de que o condutivímetro utilizado contribuiu para que os alunos compreendessem o conceito de condutividade, pois suas respostas no questionário evidenciaram que conseguiram correlacionar o conceito com a teoria a partir da análise dos dados obtidos na atividade de experimentação.

**Palavras-chave:** *fenomenotécnica, experimentação e ensino de química.*

### ABSTRACT

Despite the importance of discipline Chemistry, there are many difficulties for the student to be able to relate their concepts with their practical experimental. Based on the importance of Bachelard's phenomenotechnique and experimental activities in the teaching of chemistry, an activity with experimental measurements of electrical conductivity using a portable conductivity meter in classroom was proposed for a better understanding of chemical concepts and phenomena. The work described also aims to demonstrate to high school students that the use of measurement instruments in chemistry is very common nowadays. The proposed activity involving experimental measurements of electrical conductivity of aqueous solutions was developed for a class of high school second year in a state school at Dourados – MS. The analysis of the proposed activity was done by records through audio recordings, a field diary and a questionnaire answered by the students in order to verify the learning. The main conclusion of the study was that the conductivity meter used helped students understand the concept of conductivity because their answers in the questionnaire showed that they got to correlate the concept with the theory based on the analysis of data obtained in the experimental activity.

**Keywords:** *phenomenotechnique, experimentation and teaching chemistry.*

## INTRODUÇÃO

A Química é uma disciplina que faz parte do programa curricular do ensino fundamental e médio. Estuda a estrutura, composição, propriedades, reações e transformações dos materiais. A Química explica diversos fenômenos da natureza e esse conhecimento pode ser utilizado em benefício do próprio ser humano. De acordo com os Parâmetros Curriculares Nacionais-Ensino Médio (BRASIL, 1999), a aprendizagem de Química deve possibilitar aos alunos a compreensão das transformações químicas que ocorrem no mundo físico de forma abrangente e integrada para que estes possam julgar, com fundamentos, as informações adquiridas na mídia, na escola, com pessoas, etc. A partir daí, o aluno tomará sua decisão e dessa forma, interagirá com o mundo enquanto indivíduo e cidadão.

De acordo com Maldaner (1999), citado por Zimmermann (2009), a construção do conhecimento químico é feita por meio de manipulações orientadas e controladas de materiais, iniciando os assuntos a partir de algum acontecimento recente ou do próprio cotidiano do aluno ou ainda adquirido através deste ou de outro componente curricular, como livros, textos ou apostilas, propiciando ao aluno acumular, organizar e relacionar as informações necessárias na elaboração dos conceitos fundamentais da disciplina, os quais são trabalhados através de uma linguagem própria dos químicos, como símbolos, fórmulas, diagramas, gráficos, equações químicas e nome correto das substâncias (Maldaner, 1999).

Apesar da importância de se ensinar a disciplina de química, muitas são as dificuldades encontradas para que o aluno consiga relacionar o conceito com a prática química, pois assim como em outras ciências, para o ensino de química é necessário compreensão e abstração por parte do aluno em relação aos conteúdos abordados em sala de aula. Ao professor existe a possibilidade de propor estratégias para tornar a química uma disciplina mais acessível aos alunos, buscando relacionar os temas a determinados contextos, como por exemplo, o dia a dia dos alunos em que a química está inserida. Essas estratégias podem ser estabelecidas a partir de diversos recursos didáticos que oferecem elementos que facilitam o esclarecimento de ideias, simulações de

situações cotidianas, por exemplo, fenômenos ocorridos na natureza, como comportamentos químicos ou até casos onde não seja possível a observação a olho nu, podendo ser usado para isso instrumentos de medição portáteis. É importante ressaltar que a busca e utilização de novos recursos como mídias, atividades lúdicas e experimentais para o ensino não resolverá todos os problemas educacionais, mas ajudará na criação de outros caminhos para o processo de ensino e aprendizagem (Leão *et. al*, 2009).

De acordo com Nunes e Ferreira, (2010), uma excelente alternativa para as aulas de Química no ensino médio é a realização de atividades experimentais, que podem ser investigativas ou demonstrativas, desde que sejam planejadas e estejam adequadas aos objetivos propostos. A experimentação é, então, vista como uma maneira muito própria e adequada de ensinar os temas e assuntos selecionados em química, pois a maior parte dos conteúdos estudados pode contar com uma abordagem prática, experimental. Contudo, as atividades experimentais propostas para o ensino básico da Química não podem ser pautadas apenas em fenômenos naturais cuja análise se restrinja a observação natural baseada em nossos sentidos.

A ciência contemporânea, como evidencia Bachelard (1969), nos afasta da natureza para nos instalar no reino dos fenômenos fabricados. A rigor, um conceito só é verdadeiramente científico quando aliado a uma técnica de realização, de modo que o dado seja encontrado como produto desnaturado. O objeto já não é mais observado como fato, é produto de uma técnica, é um resultado. A técnica deve reformular e reconstruir a experiência imediata; não deve, porém, excluir a teoria.

Segundo Paiva (2005), Bachelard explica que a técnica é parte fundamental da prática científica, pois é da associação entre o espírito científico e a técnica que os fenômenos científicos podem ser criados, inventados ou construídos. Cria-lo num registro outro que associa fenômeno e técnica de investigação. Bachelard, citado por Paiva (2005), descreve esse processo no qual se opera a construção de um novo mundo, que vem se delinear no âmbito do saber científico como *fenomenotécnica*.

“Na fenomenotecnia  
nenhum fenômeno aparece

naturalmente (...). Há que construí-lo e ler seus caracteres indiretamente com uma consciência sempre desperta da interpretação instrumental e teórica, sem que jamais o espírito se divida em pensamento experimental puro e teoria pura” (Bachelard, 1969 p.77).

Neste artigo descreve-se uma abordagem didática em que os instrumentos utilizados para fazer determinações da condutividade elétrica de amostras de águas fossem usados no ensino médio. Os instrumentos de medição são uma grande ferramenta usada pelos químicos em pesquisa e análises químicas e que muitas vezes os alunos do ensino médio não conseguem ter uma ideia de sua importância. Acredita-se que os alunos devem ter conhecimento e contato, quando possível, com equipamentos, instrumentos, técnicas de medida e vidrarias usados pelos químicos para que possam ter uma concepção de fenômeno químico mais próximo da ciência Química contemporânea. Portanto, baseando-nos na importância da fenomenotécnica de Bachelard e das atividades experimentais no ensino de Química, em nosso trabalho, foi proposta uma atividade experimental com medidas de condutividade elétrica usando um condutivímetro portátil em sala de aula para melhor compreensão de conceitos e fenômenos relacionados a dissociação de eletrólitos que formam soluções eletrolíticas fortes e fracas e ionização de ácidos fracos.

A condutividade elétrica em soluções aquosas é uma medida da capacidade desta em conduzir corrente elétrica, sendo proporcional à concentração de íons dissociados em um sistema aquoso. Portanto praticamente todas as soluções aquosas vão apresentar alguma condutividade já que sempre teremos íons dissolvidos em solução. A diferença é que em algumas teremos mais íons formando soluções eletrolíticas fortes e em outras teremos menos íons formando soluções eletrolíticas fracas. Assim, o condutivímetro, como aparelho, irá nos auxiliar nestas medidas de condutividade (técnica de investigação) e interpretações das condutividades apresentadas pelas soluções.

O objetivo deste trabalho foi o de demonstrar aos alunos do ensino médio que a química não é só uma ciência demonstrativa e

empírica, mas que a química moderna é instrumental e tecnológica, usando para isso um equipamento portátil de baixo custo para medidas de condutividade elétrica de soluções que pode ser adquirido pela escola mesmo que ela não tenha um laboratório disponível.

## DESENVOLVIMENTO

Para atingir o objetivo do trabalho foi utilizado um condutivímetro portátil com o intuito de se medir a condutividade elétrica de diversas soluções aquosas buscando um melhor entendimento por parte dos alunos do conceito de condutividade. Este trabalho foi desenvolvido na Escola de Ensino Médio Antônio Vicente Azambuja, localizada no distrito de Ithaum no município de Dourados-MS com uma turma do segundo ano do ensino médio. Neste trabalho, houve a participação de 23 alunos, em uma aula de 50 minutos de duração. Como esta escola localiza-se numa zona rural, a maioria dos alunos é oriunda de assentamentos próximos ao distrito, Visando contextualizar ainda mais o conteúdo a ser ministrado, foi pedido aos alunos que trouxessem água usada em suas residências. As amostras coletadas por eles foram água de poço artesiano, água mineral (com gás e sem gás), água da torneira (fornecida pela empresa de saneamento da cidade) e o professor trouxe também água destilada. Outras soluções também foram utilizadas para se medir a condutividade e foram preparadas a partir de reagentes de grau analítico como o ácido bórico 0,0485 mol/L, ácido acético 0,0485 mol/L, sulfato de cobre 0,0120 mol/L, cloreto de sódio 0,0120 mol/L e glicose 0,00513 mol/L, à exceção do ácido acético que foi preparado a partir de uma solução comercial de vinagre. Na aplicação dos experimentos, os registros foram executados através de gravações e da elaboração de um “diário de campo” e de um questionário para serem respondidos pelos alunos com o intuito de verificar a aprendizagem. A aula iniciou-se com uma explanação a respeito de eletrólitos fracos e fortes, uma explicação do porquê da existência de íons em soluções aquosas e que a presença destes íons é que pode gerar um grande ou pequeno valor de condutividade para uma solução aquosa. Em seguida, o professor explicou rapidamente o funcionamento do condutivímetro (Figura 1) e os alunos fizeram uma tabela para anotar os dados de condutividade das soluções. Para as diversas

soluções, as condutividades foram medidas com o condutivímetro, previamente calibrado.



Figura 1 – Condutivímetro portátil; faixa de medição de 0 a 1999  $\mu\text{S}/\text{cm}$ , resolução de  $1\mu\text{S}/\text{cm}$ , precisão de  $\pm 2\%$ .

Também foi utilizado um circuito elétrico simples, composto por uma lâmpada e bateria (Figura 2) para que os alunos verificassem o acendimento ou não da lâmpada com as soluções. Os fios foram colocados diretamente na solução e observados os resultados que foram anotados pelos alunos na Tabela 2.



Figura 2 – Circuito elétrico utilizado para

detecção da condução de corrente elétrica nas soluções.

Além da tabela para que os alunos anotassem os valores de condutividade de cada solução, também foi elaborado um questionário (Tabela 1) com quatro perguntas a respeito do experimento para avaliar a eficácia de nossa proposta na melhoria da aprendizagem em sala de aula. O questionário e a tabela com os valores de condutividade serviram de relatório da aula prática ministrada e, também, como instrumentos para avaliarmos como o nosso trabalho contribuiu para o entendimento do conteúdo abordado.

Tabela 1: Questionário aplicado aos alunos

### QUESTIONÁRIO SOBRE O EXPERIMENTO DE CONDUTIVIDADE

- 1) De acordo com os resultados de medida do condutivímetro, a água conduz corrente elétrica?
- 2) Como você explica a diferença de condutividade nas diversas fontes de água testadas?
- 3) Nas medidas de condutividade das soluções aquosas foram usados ácidos fracos, apesar disso houve condução elétrica, explique porque.
- 4) No teste da lâmpada, algumas soluções que tiveram alguma condutividade não acenderam, discuta a esse respeito.

### RESULTADOS E DISCUSSÃO:

Os dados da condutividade (Tabela 2) foram utilizados pelos alunos como parâmetro para responder ao questionário.

Pelas respostas pode-se notar que a maioria dos alunos conseguiu entender o conceito de condutividade em soluções relacionado com eletrólitos fortes e fracos. Por exemplo, na pergunta “Como você explica a diferença de condutividade nas diversas fontes de água testadas?”, alguns disseram que é “devido a maior ou menor presença de íons dissolvidos nestas águas, devido ao lugar de onde essas águas vieram”; outros que “a água possui várias substâncias diferentes que contêm algum tipo de carga, por isso a diferença de valores.” E também “pode ser pela maior ou menor quantidade de substâncias além da água

pura”.

As observações, reflexões e estudos motivaram os alunos a elaborar ideias e a se pronunciarem a respeito da possível existência de partículas dotadas de cargas elétricas nas soluções, ao tentarem explicar a condução da eletricidade pelas soluções testadas:

“Professor, mas por que este circuito vai acender a lâmpada?”, “Eu acho que a água tem condutividade” disse outro aluno, “Mas se a condutividade é elétrica, então por que não tomamos choque...”.

E sobre o teste com o circuito elétrico, muitos responderam que a maior ou menor intensidade da luz da lâmpada era devida a maior ou menor presença de íons na solução.

Alguns alunos observaram que na medida da água destilada, apesar da solução apresentar alguma condutividade no condutímetro, no aparato da lâmpada (Figura 2), não foi observado nenhum acendimento na luz. As frases: “A água destilada tem uma condutividade muito baixa, não tendo íons suficientes para que a lâmpada seja acesa”, “Devido a pouca intensidade da água destilada,  $4\mu\text{S}/\text{cm}$ , medida no condutímetro a lâmpada no aparato não acende”, foram algumas das respostas dos alunos para justificar o não acendimento da lâmpada na água destilada, demonstrando assim um bom entendimento por parte dos alunos do conceito de condutividade.

Aproveitando a medida de condutividade da água destilada, o professor questionou os alunos a respeito das diferenças de condutividade nas águas testadas, já que (aparentemente) a solução é a mesma. Foram obtidos alguns questionamentos interessantes, tais como: “Deve ter alguma contaminação nestas águas”, “Como elas vêm de lugares diferentes, cada uma deve ter íons diferentes”, foram algumas das respostas dadas ao questionamento do professor, “Mas todas as águas não são compostas das mesmas substâncias?” provoca o professor, “Pelo jeito não.” diz um aluno.

Tabela 2 – Valores de condutividade ( $\kappa$ ) e do teste com aparato da lâmpada para as soluções aquosas

lâmpada		
Ácido Bórico 0,0485 mol/L	Pouca intensidade	13
Ácido acético 0,0485 mol/L	Boa intensidade	647
Sulfato de Cobre 0,0120 mol/L	Boa intensidade	1930
Água destilada	Sem intensidade	4
Água da torneira	Pouca intensidade	186
Água de poço	Pouca intensidade	170
Água mineral com gás	Pouca intensidade	203
Sacarose 0,00513 mol/L	Sem intensidade	6
Cloreto de sódio 0,00513 mol/L	Pouca intensidade	1450

Percebemos aqui que a aprendizagem de ciências torna-se um pouco difícil para o aluno a partir do momento em que suas concepções sobre o conhecimento comum se defrontam com o saber científico. Com relação a isso, Lopes (1996), diz que podemos, igualmente, salientar o quanto Bachelard contribui para que repensemos nossas concepções a respeito do conhecimento comum. Ele nos coloca diante da obrigação de questionar o conhecimento cotidiano dos estudantes, que é produzido de acordo com o senso comum, bem como permitir o questionamento de nosso próprio conhecimento cotidiano, também adquirido durante a nossa experiência de vida, no processo de ensino-aprendizagem em ciências. A partir da análise do diálogo descrito, confirmamos as palavras de Lopes (1996) que aprender ciências implica aprender conceitos que constroem, colocam em crise os conceitos da experiência comum.

O objetivo de se coletar águas de diferentes fontes é para uma melhor contextualização do tema já que a maioria dos alunos é de assentamentos próximos ao distrito de Ithaum caracterizando assim uma maior proximidade com a realidade da região. Segundo Salvadego e Laburu (2009), durante uma aula experimental, não importando que ela seja demonstrativa ou manipulativa, mesmo não tendo equipamento sofisticado, o importante é a

Solução	Teste da	$\kappa$ ( $\mu\text{S cm}^{-1}$ )
---------	----------	------------------------------------

sua organização e discussão possibilitando aos alunos uma correta interpretação dos fenômenos químicos.

O que se notou durante a aula foi uma grande participação dos alunos, que formularam e discutiram suas hipóteses sobre o fenômeno observado, demonstrando que houve um grande interesse a respeito do assunto. No ensino de ciências, a experimentação pode ser uma estratégia eficiente para a criação de problemas reais que levem a questionamentos e investigação. Dessa forma podemos utilizar o conteúdo a ser trabalhado como resposta aos questionamentos feitos pelos alunos durante a interação com o contexto criado. Oliveira (2009) diz que a essência das atividades de experimentação desenvolvidas de forma prazerosa, pelo professor, para se chegar à solução da situação problema, pode auxiliar na construção do conhecimento e no despertar para a Ciência. Na sua investigação, concluiu-se é possível alcançar maior interação entre alunos e professor, tornando o conhecimento escolar mais claro e mais interessante. O aluno é estimulado a construir, desconstruir e reconstruir conceitos. Assim as aulas se tornam mais interessantes com uma participação muito mais ativa dos alunos. Giordan, 1999, também diz que ao se incentivar os alunos a expor suas ideias a respeito do fenômeno, que são o senso comum de cada um deles, desencadeia-se um processo no qual todos eles conseguem chegar a um conhecimento, objetivo onde a experimentação desempenha um papel de discussão para o desenvolvimento dessa prática. Dessa forma, o conhecimento que os alunos tinham sobre o fenômeno estudado é destituído do senso comum e reconstruído pelo senso científico.

Pelas respostas dos questionários pode-se constatar que a maioria dos alunos conseguiu entender o conceito de condutividade nas soluções percebendo assim que a maioria das soluções possuem íons dissolvidos e, portanto apresentam algum valor de condutividade. Assim podemos concluir usando as ideias de Bachelard (1969), que o entendimento do fenômeno de condução elétrica pelos íons em solução foi mediado pela técnica de medida da condutividade usando o condutímetro e a interpretação da teoria de eletrólitos fortes e fracos. Dessa forma, a fenomenotécnica contribuiu para uma melhor compreensão pelos alunos de um fenômeno construído pela

Química.

## CONCLUSÕES:

Este estudo demonstrou aos alunos do ensino médio que a química é uma ciência que estuda os fenômenos da natureza, mas que através de instrumentos adequados pode-se ter uma melhor ideia destes fenômenos. O aparelho de medição utilizado contribuiu bastante para que os alunos compreendessem o conceito de condutividade, pois as respostas dadas por eles no questionário evidenciam que conseguiram correlacionar o conceito com a teoria a partir da análise dos dados obtidos na atividade de experimentação. O uso adequado das técnicas de instrumentação relacionada aos conceitos químicos proporciona uma melhor aprendizagem por parte dos alunos inserindo-os na ciência moderna.

## AGRADECIMENTOS

Ao CNPq pelo apoio financeiro ao projeto "Química Móvel – A Tenda da Experimentação", Processo 402094/2010-7.

## REFERÊNCIAS:

1. BERTOCHÉ G.; **A objetividade da ciência na filosofia de Bachelard**; Ebooksbrasil, Rio de Janeiro, 2006.
2. BRASIL, 1999; **Parâmetros Curriculares Nacionais (PCN) – Ensino Médio**; Ministério da Educação, 1999.
3. DOMINGUINI L.; SILVA I.B.; **Obstáculos a construção do espírito científico: Reflexões sobre o livro didático**; Revista Plures Humanidades, Ribeirão Preto, ano 12, n. 15, p. 101-116, jan. Jun. 2011.
4. GIORDAN M.; **O papel da experimentação no ensino de ciências**; Revista Química Nova na Escola, nº 10, 1999.
5. LABURÚ C.E.; ARRUDA S.M.; NARDI R.; **Pluralismo metodológico no ensino de ciências**; Revista Ciência e Educação, v.9, n.2, p. 247-260, 2003.
6. LEÃO M.B.C.; SILVA J.R.R.T; LEITE B.S.; ARAÚJO R.V.G; **Elaboração, aplicação e avaliação de Podcas-**

- ting de química no ensino médio; disponível em [www.tise.cl/2009/tise\\_2009/pdf/13.pdf](http://www.tise.cl/2009/tise_2009/pdf/13.pdf), acessado em 19/05/2012.
7. LOPES A.R.C.; **Bachelard, o Filósofo da desilusão**; Cad. Cat. Ens. Física., v.13, n. 3, p.248-273, dez.1996.
  8. NUNES J.M.G.; FERREIRA M.; **Representações de experimentação em livros didáticos de química**, La Salle - Revista de Educação, Ciência e Cultura, v. 15 , n. 2, jul./dez. 2010.
  9. OLIVEIRA N.; **Atividades de Experimentação Investigativas Lúdicas no Ensino de Química: Um Estudo de Caso**. Tese de Doutorado, Universidade Federal de Goiás, Goiânia 2009.
  10. PAIVA R.C.S.; **Gaston Bachelard: a imaginação na ciência, na poética e na sociologia**; Editora Anablume; São Paulo, 2005.
  11. SALVADEGO W.N.C.; LABURU C.E.; **Uma Análise das Relações do Saber Profissional do Professor do Ensino Médio com Atividade Experimental no Ensino de Química**; Química Nova na Escola, v. 31, nº 3, Agosto, 2009.
  12. ZIMMERMANN A.; BASAGLIA A.M.; FARIAS C.S.; **A importância das atividades experimentais no Ensino de Química**; 1º CPEQUI – 1º Congresso Paranaense de Educação Em Química; Londrina – PR.



## PROCESSO LABORATORIAL PARA O REAPROVEITAMENTO DO MOLDE CERÂMICO PROVENIENTE DA MICROFUSÃO



### LABORATORY PROCESS FOR THE RECLAIMING OF THE CERAMICS MOLD FROM THE INVESTMENT CASTING

DE BONI, Luis Alcides Brandini<sup>1\*</sup>; CRIVELETTO, Vagner<sup>2</sup>; CAMANA, Marcos<sup>3</sup>;

<sup>1,2,3</sup> Micromazza - PMP Ltda Rod. RSC 470 Km 168. Vila Flores - RS, Brasil  
(fone: +55 54 2345 4356)

\* *Autor correspondente*  
*e-mail: labdeboni@gmail.com*

Received 12 December 2012; received in revised form 30 January 2013; accepted 10 February 2013

#### RESUMO

A microfusão é um processo utilizado para a produção de peças com variações ou tolerâncias dimensionais restritas, de tal forma que após a fundição as peças necessitam de pouco acabamento. O presente trabalho descreve um experimento realizado visando o reaproveitamento de parte dos subprodutos provenientes do processo de microfusão. Cerca de 4kg de casca cerâmica passaram por um processo de trituração, separação magnética de metais e classificação por peneiras, ao invés de serem destinados ao aterro sanitário. O material foi separado em peneiras de diferentes granulometrias e agrupado em dois conjuntos, um para o material de maior granulometria e outro para o de menor granulometria. Posteriormente este material foi utilizado na produção de um molde cerâmico utilizado no processo de microfusão, substituindo a respectiva matéria-prima virgem. A casca cerâmica do cacho produzido através desta técnica, suportou todas as etapas de sua montagem, incluindo o vazamento do aço (WCB) sem quebrar ou trincar. O reaproveitamento da matéria-prima, neste experimento, atingiu cerca de 80% em peso dos 4kg obtidos originalmente.

**Palavras-chave:** Microfusão, reciclagem de casca cerâmica, redução de resíduos.

#### ABSTRACT

Investment casting is a process used to produce parts with restricted dimensional tolerances so that after casting the parts require little or no finishing. This paper describes an experiment conducted to the reuse of by-products from the process of investment casting. Around 4kg of ceramic shell went through a process of crushing, magnetic separation of metals and screen classification, instead of being destined to the landfill. The material was separated on sieves of different diameters and grouped in two sets, one for the material of larger particle size and another for smaller particle sizes. Subsequently this material was used to produce a ceramic mold used in investment casting process, replacing the corresponding virgin raw material. The ceramic shell of the bunch produced by this technique, endured all stages of assembly, including the casting of steel (WCB) without break or crack. The reuse of raw materials in this experiment reached about 80% by weight of 4kg originally obtained.

**Keywords:** Investment Casting, ceramic shell recycling, waste reduction.

## INTRODUÇÃO

A microfusão, também conhecida como fundição de precisão ou fundição por cera perdida, é um processo utilizado para a produção de peças com variações ou tolerâncias dimensionais restritas, de tal forma que após a fundição as peças necessitam de pouco acabamento. Este processo é descrito na literatura (Stefanescu, 2002; Hitchiner Manufacturing, 2000; Sopcak, 1986; Prasad, 2013).

O chamote (Mineração Curimbaba, 2008) é uma das matérias-primas consumidas para a constituição da casca cerâmica, utilizada no processo de microfusão, sendo descartado após sua utilização. O descarte produz custos para a empresa, pois este resíduo é encaminhado para um aterro. De acordo com Holtzer *et al.* (2010) mais de 60% dos resíduos da microfusão são constituídos por casca cerâmica.

Este trabalho de reciclagem da casca cerâmica foi desenvolvido visando a redução do volume de resíduos sólidos destinados à aterros sanitários, e a diminuição da importação de matérias-primas como, por exemplo, o óxido de zircônio, uma das matérias-primas utilizadas na microfusão.

## METODOS

Aproximadamente 4kg do resíduo foram coletados no ponto de descarte da casca cerâmica, conforme a Figura 1.



**Figura 1.** Descarte da casca cerâmica.

Posteriormente, o resíduo foi triturado em um cadinho de aço (Figura 2) manufaturado para esta atividade.



**Figura 2.** Cadinho confeccionado em aço para a trituração manual da casca cerâmica.

Após a etapa de trituração o resíduo foi peneirado e classificado conforme sua granulometria em peneiras padrão ABNT tamanhos #18, #20, #30, #40, #60 e #80. Efetuou-se a comparação visual entre o chamote reciclado e o chamote virgem em um macroscópio PANTEC, modelo trinocular, para a determinação de diferenças entre os produtos.

O material peneirado foi posteriormente combinado e agrupado de forma a imitar as proporções granulométricas recomendadas pelo fabricante da matéria-prima virgem.

Paralelamente, montou-se um cacho<sup>1</sup> com peças de formato aleatório, visando analisar se o formato da peça poderia influenciar a resistência da casca cerâmica durante o vazamento do aço.

O cacho, em cera, seguiu para o primeiro recobrimento (com matéria-prima virgem). O objetivo deste banho é a formação de uma camada uniforme, capaz de manter com perfeição a forma do cacho. Realizou-se a aplicação do *prime coate* (Figura 3) e do banho de areia (Figura 4).

<sup>1</sup>Cacho é o nome dado a estrutura em cera que serve de molde ao processo de microfusão.



**Figura 3.** Aplicação do prime coate.



**Figura 6.** Processo de adição manual do chamote.



**Figura 4.** Aplicação da chuva de areia

Após o banho de areia, o cacho ficou em repouso por 6 horas. O cacho seco prosseguiu para o segundo banho de lama (Figura 5).



**Figura 5.** Segundo banho de lama.

Logo após o banho de lama, o cacho recebeu o recobrimento manual do chamote reciclado, previamente preparado, conforme a Figura 6.

Após a aplicação do primeiro banho de lama, o cacho ficou em repouso por 8 horas. Posteriormente, outro banho de lama para incorporação de chamote fino com intervalo de 8 horas e mais três banhos de lama para a adição do chamote grosso. Entre os banhos finais, o intervalo de secagem foi de 8 horas. Em seguida realizou-se o banho de selagem, seguido de repouso de 48 horas para a secagem do cacho. A cera foi removida da casca por aquecimento e pressão e a casca foi calcinada à temperaturas entre 950 e 1100°C. Após, a casca cerâmica recebeu a adição da liga metálica grau WCB, cuja composição foi posteriormente analisada um aparelho da marca Metec, modelo Spectromaxx.

O aço grau WCB foi vertido no molde, conforme a Figura 7, e posteriormente foi para o martelote, onde a a casca cerâmica é separada do metal já resfriado.



**Figura 7.** Aço vertido em cascas cerâmicas.

Após a separação das peças microfundidas da casca cerâmica, esta retornou ao seu ponto de coleta, seguindo para o descarte.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Optou-se por realizar a quebra da casca cerâmica manualmente, ao invés de utilizar-se um sistema de rolos conforme recomendado por Peters e Twarog (1992), em virtude do tamanho projetado para o experimento. Para ensaios de proporções significativamente maiores que as utilizadas neste trabalho, a utilização de rolos para moer a casca cerâmica deve ser considerada.

A comparação macroscópica entre a casca cerâmica reciclada e a casca cerâmica virgem (Tabela 1 – Figuras 8 a 11) revela a presença de argila aderida à casca cerâmica reciclada. A argila, proveniente do processo do banho de lama, confere ao material reciclado coloração mais escura.

A Tabela 2, apresenta a composição química do aço grau WCB fundido na casca cerâmica, que produziu o cacho da Figura 12.



**Figura 12.** Peças microfundidas em WCB presas ao cacho.

## CONCLUSÕES

Concluiu-se que a casca cerâmica pode ser reciclada e reaproveitada no processo de microfundição, ao menos por uma vez, retornando-a qualidade de matéria-prima. Este processo não comprometeu a qualidade da casca cerâmica reciclada, que apresentou características similares a casca feita com matéria-prima virgem, ou a qualidade das peças do produto microfundido final.

A coloração em tom marrom do chamote reciclado deve-se a presença de argila aderida à

sua superfície. No presente experimento esta aparência diferenciada não influenciou as características finais da casca cerâmica, que manteve resistência equivalente a do produto elaborado com matéria-prima virgem.

O processo de reciclagem não substituirá totalmente a aquisição de matéria-prima virgem, observando que, durante a moagem ocorre a quebra dos grãos do chamote e gradualmente a matéria-prima se deteriora em frações diminutas que não servem mais para esta aplicação.

## AGRADECIMENTOS:

Os autores agradecem a Micromazza PMP pelo suporte financeiro e técnico para o desenvolvimento deste trabalho.

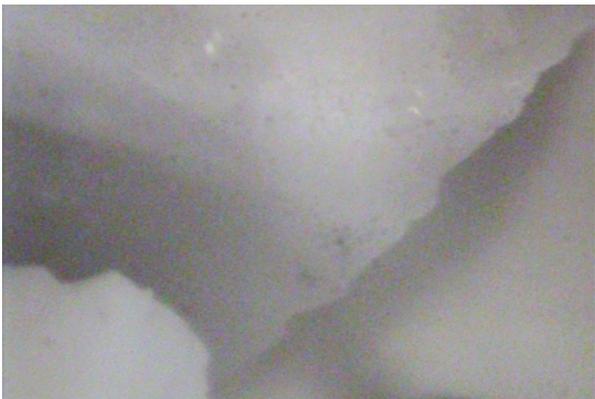
## REFERÊNCIAS:

1. ASTM A216 / A216M – 12. Standard Specification for Steel Castings, Carbon, Suitable for Fusion Welding, for High-Temperature Service.
2. Stefanescu, D.M. Asm Handbook: Casting. Vol. 15. Asm International, 2002.
3. Sopcak, J. E. Handbook of Lost Wax or Investment Casting. Gembooks, 1986.
4. Bidwell, H. T. Investment Casting Handbook. Investment Casting institute, 1997.
5. Hitchiner Manufacturing Co., Inc. An Introduction to the Investment Casting Process. 2000. <[http://www.hitchiner.com/publications/Intro\\_to\\_IC.pdf](http://www.hitchiner.com/publications/Intro_to_IC.pdf)>
6. M. Holtzer, J. Zych, R. Daňko, A. Bobrowski. Reclamation of material from used ceramic moulds applied in the investment casting technology. 2010. ARCHIVES of FOUNDRY ENGINEERING Volume 10, Issue 3/2010, 199-204
7. PETERS, T. M.; TWAROG, D. L. The feasibility of reclaiming investment shell material from investment castings. 1992. <[http://www.w.mrc.uiuc.edu/info/library\\_docs/tr/tr04.pdf](http://www.w.mrc.uiuc.edu/info/library_docs/tr/tr04.pdf)>.
8. PRASAD, Ram . Progress in Investment Castings. Disponível em <[http://cdn.intechopen.com/pdfs/39309/InTech-Progress\\_in\\_investment\\_castings.pdf](http://cdn.intechopen.com/pdfs/39309/InTech-Progress_in_investment_castings.pdf)>. Acesso em Janeiro, 2013.

9. Mineração Curimbaba. Argila sinterizada MC-60/ROT-1500. 2008. Disponível em <<http://www.curimbaba.com.br/pt/produto>

s/pdf/mc\_60\_chamote.pdf>. Acesso em Mar. 2013.

**Tabela 1.** Comparação macroscópica entre matéria-prima virgem e reciclada.

Matéria-prima virgem	Matéria-prima triturada
 <p><b>Figura 8.</b> Ampliação 10x</p>	 <p><b>Figura 9.</b> Ampliação 10x</p>
 <p><b>Figura 10.</b> Ampliação 40x</p>	 <p><b>Figura 11.</b> Ampliação 40x.</p>

**Tabela 2 – Composição química do aço WCB analisado**

<b>C %</b>	<b>Si %</b>	<b>Mn %</b>	<b>P %</b>	<b>S %</b>	<b>Cr %</b>	<b>Mo %</b>	<b>Ni %</b>
0,226	0,227	0,974	0,024	0,010	0,083	0,012	0,044
<b>Al %</b>	<b>Co %</b>	<b>Cu %</b>	<b>Nb %</b>	<b>Ti %</b>	<b>V %</b>	<b>W %</b>	<b>Pb %</b>
0,002	0,007	0,014	0,005	< 0,0002	0,001	0,018	0,001
<b>Sn %</b>	<b>As %</b>	<b>Zr %</b>	<b>Bi %</b>	<b>Ca %</b>	<b>Ce %</b>	<b>Sb %</b>	<b>Se %</b>
0,001	0,012	0,002	0,014	< 0,0001	0,004	< 0,001	0,002
<b>Ta %</b>	<b>B %</b>	<b>Zn %</b>	<b>La %</b>	<b>N %</b>	<b>Fe %</b>	<b>Te %</b>	
0,071	0,0005	0,003	< 0,0003	0,025	98,3	0,001	



## COMO PREPARAR AULAS DE QUÍMICA MAIS FÁCEIS E COMPREENSÍVEIS (UM EXEMPLO DE PROGRAMA CONCRETO)

### HOW TO MAKE LESSONS OF CHEMISTRY MORE UNDERSTANDING AND EASY (ON AN EXAMPLE OF CONCRETE PROGRAM)



KUPATADZE, Ketevan<sup>1\*</sup>

Iliia State University, Faculty art and science, Kakutsa Cholokashvili Ave 3/5; Tbilisi 0162, GEORGIA  
(phone: +995599290905)

\*Ketevan\_kupatadze@iliauni.edu.ge

Received 23 February 2013; accepted 14 March 2013

## RESUMO

O presente manuscrito apresenta um curso de docência multimídia ministrado pela autora em um curso de Química escolar criado na Iliia State University. Os materiais de ensino são apresentados juntos com modelos dinâmicos visuais de processos químicos. As mudanças e informações adicionais podem ser apresentadas a qualquer momento devido à estrutura do curso. Portanto, o modelo contém os elementos de um estudo de caso. Os princípios de didática considerados são particularmente eficientes pelos programas de computação educacionais nas aulas de Química. A questão é acerca dos estágios do processo educacional durante os quais o professor pode, de maneira eficiente, usar tais programas. O artigo traz um panorama a respeito da situação de lecionar Química nos dias de hoje na Geórgia – problemas e caminhos para solucioná-los. O trabalho também apresenta os meios para integrar a Química com outras disciplinas como, por exemplo, Biologia, História e Artes.

**Palavras-chaves:** métodos e ferramentas de ensino, interface homem-computador, sistema multimídia, realidade virtual.

## ABSTRACT

The article presents author's multi-media teaching course on school course chemistry, created in Iliia State University. Teaching materials are presented together with visual dynamic models of chemical processes. The changes and additional information can be introduced any time due to the structure of the course. Therefore, the model contains the elements of Case Study. Those principles of didactics are considered, realization of which are particularly efficient by educational computer programs on the lessons of chemistry. The question is about the stages of educational process, during which teacher can efficiently use such programs. In the article is overviewed the situation of teaching chemistry in Georgia nowadays- problems and the ways of solution of this problems. Is shown the ways to integration chemistry with other subjects, e.g. biology, history and arts.

**Keywords:** authoring tools and methods; human-computer interface; multimedia systems; virtual reality.

## INTRODUCTION

Chinese sage was asked: what can we do in order that people live better. He answered, that it depends on period of time. If it is only one year, sow rice for the subsistence of people. If it is twenty years, than plant fruit trees, than people can delight with fruits. If you mean hundred years, educate the people and every problem will be solved.

It is indisputable truth. There is nobody stronger than educated man. Although, unfortunately some subject have the "privilege" to be "fearful" for school students. At the lessons of the "fearful" subjects school students come with sense of duty and they bring nothing from lessons. What is cause? They have not motivation.

In this case I mean the chemistry. Where are the roots of such attitude to chemistry? They must be searched in the process of teaching of chemistry, in the forms of its account and present to the school students. This form must have one aim - to go to the lesson of chemistry must be a little holiday and not obligation, because a pupil does not afraid this subject. To excite the curiosity of a pupil is very easy, especially to such "indocile", "capricious", "stimulant" science as chemistry. The points on the agenda are in what form present and discuss each chemical phenomenon.

So, how can we interest school students on the lessons of chemistry? Which principle of didactics is better to create merry and gripping lesson? -We accentuate on obviousness, on scientific character and availability (certainly it is our opinion and it is possible that others accentuate on different approach.

I want briefly review each principles (Uznadze, 1979; Woolfolk,2000). The *obviousness* principle is very important for the lessons in chemistry and other natural sciences. It is very difficult to imagine chemistry without experiment, which unfortunately is rarely carried out nowadays in Georgian schools; on account of the lack of laboratories, preparations or simply time (not enough hours and enormous material). Such experiments also exist, which need special rules of safety and teachers in justice try to avoid them. Different chemical mechanisms, which are

very difficult to study for pupils, need special obviousness and not only simple static picture, which they can see in books or in educational posters.

*Availability* principle and *scientific* character are also very important. Teacher must try to interest , motivate pupils with the subject (in our case - chemistry). Teacher must be in permanent search to find interesting chemical histories and join it with them. By means of interesting chemical events and curiosities he can scientifically discuss the theme. For example, pupils may be don't know that the "reason" of "Titanic" 's going down was hydrogen bonds, because it had run into iceberg. The firmness of iceberg (ice) is caused by hydrogen bonds. The density of iceberg (ice) is less than of water and it can float on the surface of water. It will be interesting to discuss the nature of bonds, which had ruined legendary "Titanic".

End now we want to discuss the problem of the form of presentation of different questions, about what we had spoken above. One of the most effective form (among other forms) of the presentation of material to pupils is the educational computer program, which gives possibility to realize above-mentioned all three principles.

The *obviousness* principle in such programs can be realized very efficiently, because it can not be only static and planar, but dynamic and practical, decorated with different effects, among them-sound effect. It can be hyper textual with complex labyrinths, from where we can pass to another logically connected obviousness.

The modeling of the experiments in such programs can be represented by different spectrum, (among them for the experiments which need special rules of safety), if we carry them in real time in the process of lesson.

There are a lot of possibilities in this programs to realize the rest two principles. Such computer-educational programs are also called "Author's programs", because they represent the view of given author or the group of authors, which are unique and never be repeated. In spite of this, it is inadmissible that such program was turned into the electron version of any textbook.

When creating educational courses, we

must take into consideration, that they must not be transformed into electric version of textbooks (without any novelty). Such courses (they can be called "Author's courses") must reflect the view of the teacher (or the group of teachers) which created them, about the optimum teaching of the correspondent subject. The author's courses are created on the basis of the knowledge, methodical and didactic finds of the teacher (or the group of teachers).

The main aim of creating electric programs is to establish the model of the process of teaching concrete course. In this case it is important not only the specific character of the subject, but the individual habitus of the creator of the course, it is also important the establishment of the general methodic with general methods and general instruments. Such methodic contain the description of the content of the course on the basis of semantic nets, which are connected in definite limits by variable succession from the simple to the complex. They can be founded fractal-layer by layer. This layers create the skeleton and on its basis the whole process is formed. The visualization will be static, dynamic and spatial. The teacher, on each stage of the teaching, can apply to the resources of the illustration which he needs.

The content of educational material must coincide to the national educational plan, but it must be enriched by more information, by concrete examples and with corresponding commentary (Kupatadze, 2005;). Some of the topics will be teaching by axiomatic method and information will be represented in the form of graph- the unity of concrete and declaration teaching will be realized. Each topic will be connected with the knowledge of a pupil. The content will be in accordance with modern state of the sciences.

In Georgia, to overcome the "fear" to natural subjects (in this case-chemistry), to interest pupils and to create motivation is very actual.

## **MATERIALS AND METHODS**

The application of new technologies makes it possible to show the dynamic nature of reactions. It is especially effective for illustrating processes such as organic reaction mechanisms

which are traditionally illustrated with static figures. A dynamic illustration with the ability to stop and start the dynamics at any time, according to student's wishes can provide a more effective demonstration. If the mechanism consists of discrete steps, the transfer from one step to another can be performed when student wishes (by clicking through with a mouse). If the process or mechanism that is illustrated is general, then it can be linked to other processes or mechanisms. The frames of the animated fragments are connected to each other by infinite succession, though each frame is independent. Such animations should not be overloaded by text. Educational information offered in a visual context is fascinating, easily assimilated, and fixed in memory for a long time. The lesson acquires active form.

Using a computer to animate processes gives the opportunity to present vivid, eminent, and convincing illustrations about those events that are connected to various chemical transformations. The process is reflected in dynamics of the computer multimedia demonstration.

A narrative by the teacher is also attached to the process which helps create the mood of the multimedia environment, which, in turn, enhances student readiness for studying and learning the material.

We have created a computer teaching package in Inorganic and Organic chemistry <http://cvl.iliauni.edu.ge/start.html> which is done in Adobe Flash and includes all types of animations to connect organic chemistry with other sciences.

I want to point out one circumstance. There are many free educational computer programs in chemistry (we have seen many of these on the internet or on CD), also internet-sources, but in these sources didactic principles are realized very poorly. The aim of this program is less text and a lot more dynamic illustrations and use of different methods to stimulate a pupil's motivation. It is known fact that for teaching two main factors are obligatory: teaching school students with refined methodic and motivation for the study of presented information.

I mean to introduce such heading as: "May you will be interested", "May be you try",

“Now let us amuse our self”. I mean to find a lot of chemical curious (to create animation about this curios). To make musical background to the created chemical clips. Musical backgrounds can be different from each other. For example, in already created program we have “Chemical theatre” where elements go out on Strauss’ march, make the acquaintance with pupils and present very interesting information about themselves (figure 1) In other clips there is folklore (figure 2) and even though rock, why not! On the whole we shall get motivated school students and this is our aim.

According to D. Uznadze conception mood is created in simultaneous figurative conditions of two factors, with the demand of a person in the suitable environment of the given figurative conditions. If one of these factors isn’t given the mood won’t be created. A person will get into mood with the fulfillment of the activity of the specific situation based only on to the suitable requests (D. Uznadze. “The Psychology of Mood”) [1].

Computer gives the opportunity to get vivid, eminent and convincing illustrations about those events, which are attached to this or that chemical process.

The process is reflected in dynamics on the screen of the computer together with the selected colors and according to the multimedia. The live word of the teacher is also attached to the process and so we can see two necessary factors for creating the mood, which causes student’s corresponding activity-readiness for gaining and studying the material firmly. It must also be mentioned that “the mood gaining once, never loses and stays with the person, as the new readiness of actualization, in the new corresponding cases”.

This program has been spreading in all Georgian schools where had been used in chemistry lessons.

## RESULTS AND DISCUSSION:

The use of computer teaching programs were accompanied by the different stages:

The aim of the first stage is the forming of the student’s motivation towards the learning topic (material); At this time it is important to prove the necessity of the topic, to display its important features, juxtaposition of the other subjects (connection of different subjects); The whole class will be involved in this process and it would be right if the teacher used the most interesting illustrated computer materials of the topics which would be studied.

Though at this stage the suggested visual aids mustn’t contain the deep contents of the materials which would be studied as this point is the main task of the next stages.

The aim of the record stage is to discuss studying material consecutively and deeply. While teaching the new material it is necessary to use the illustrated materials.

In this case the advantage has of computer learning programs with the help of which it is possible to keep an eye on the development of the dynamic process of the studying material and in different scales. E.g. The development of different chemical mechanisms on the micro and macro levels of course the continuation of the reactions must be put into the computer models, the performing of which is difficult or impossible for many conditions in the laboratory circumstances. On the third stage there is a process of perception of already explained material.

It is very important the scientific language of the given subject, the learning of main terms and concepts. It is also suitable (on this stage) to use the multimedia models which contain especially difficult theoretical concepts. Together with it there must be taken into consideration student’s interactive relation towards the studying material in the program maintenances.

Verbal methods are used on the *fourth and the fifth stages*. In this case there also must be used computer illustrated material showed on the second stage. Which must be filled with findings of kindred subjects. The elements of this program must be discussed, debated in the lecture- room.

The last the *sixth stage* is proposed for testing the studied theme. The teacher tests not only the general contents of the material, but the ability of the pupil to join this information with

other sciences and use it (the new information) for the solution of the new problems.

Also, I must underline, that in our program chemistry is connected with history of chemistry. We have reviewed periods, when the famous scientists was discovered they openings. Some of the subjects are connected with arts. For example, before studding Structures of Molecules the pupil introduce to "Cubism", where artists use geometrical figures- square, triangle, hexagon. Picasso is the famous representative of "Cubism". The pupils will meet such kind of geometrical figures, when they study Structures of Molecules.

Or, let us speak about water. What is water? According to the words of Saint-Exupéry "The basis of life", which has special chemical activity. For visualization consider its action with metals. It reacts very actively with lithium and sodium, potassium burns when touching with water. From what it contains? From hydrogen and oxygen. Both have wonderful chemical biography. The nature water is a part of man's body ( cellular and intercellular). It plays different vital roles and its amount depends on the man's age, on the content of fat. Dehydratation sometimes may be mortal for man.

We have spoken about hydrogen and oxygen which are the parts of water. Hydrogen was discovered in 1766 in London by Cavendish. Oxygen was discovered in 1774 by Priestly and Sheele in towns Lids-Upsala. In the block of history the situation in England and Switzerland and the situation in Georgia will be discussed-what was happening in Georgia at that time, which problems (among them-scientific) were to be solved. This lyrical digression help us to make motivation in pupils (Kask, Rawn, 2000; Freemantle, 1991).

For example, the opinion of some teachers and pupils are adduced about computer-educational program in chemistry for basic schools (the originals of forms are kept in working-room of our group).

*Teachers:*

*"I want to ask you to create such programs for high classes". The chemistry teacher of 16<sup>th</sup> public school Kh. Nozadze;*

*"You must continue your work!!! To show*

*animated experiments is very useful, especially in such schools, where they have not laboratories, but have computer." The chemistry teacher of 165<sup>th</sup> public school N. Nadiradze;*

*"I had adopted your uncommon idea with great pleasure. I am delighted, I like it very much! I hope you will contact with me after innovations." The chemistry teacher of 2<sup>th</sup> public school Kh. Bregadze;*

*"I greet this innovation, I shall always have desire to use it." The chemistry teacher of 100<sup>th</sup> public school Msvenieradze;*

*7<sup>th</sup> class*

*"When studding the classes of chemical compounds we use computer program. It is very interesting. Afterwards we ask teacher and he carried out the experiment between sulfuric acid and sugar. It was identical to what we had seen in program. It is nice, if it will continues in such a way, we shall become chemists. Such lesson is very interesting and we want more lessons."*

*"The teacher had taken us to the informatics room. She had explained the properties of water and we had watched chemistry program. I like "You are vineyard", bubbles of soap. At home I had done it myself".*

*"Show it again. We had understood it. I had remembered how to construct and represent chemical formula. The Georgian dance between Fe and S is bright. I am interested what I had seen in computer."*

*"I had understood well and remembered mixers, the methods of their division on components. We often can't carry out the experiments, therefore I wont to study chemistry by this program."*

*8<sup>th</sup> class:*

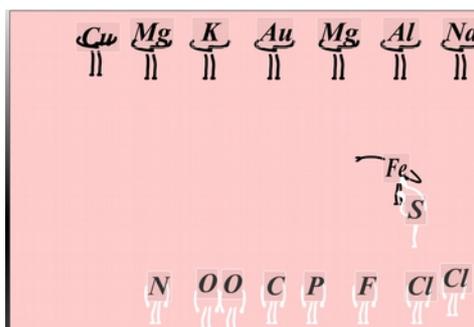
*"I think such lessons must be held in every classes. It is one of the way to give knowledge to the child, which is not interested in chemistry. Even though the minimum from the whole information".*

*"In my opinion, the CD with such themes must be in every schools, to excite the curiosity of more pupils."*

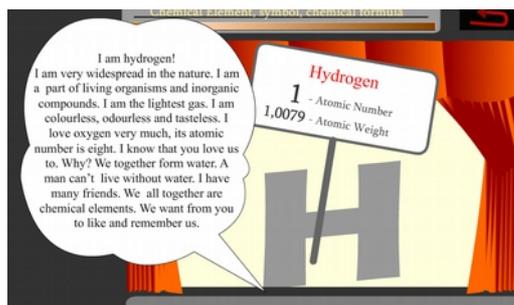
*"I have learned very much about chemical elements, the Periodic Table, famous chemists."*

*Especially interesting were video materials and clips. You see everything obviously and get pleasure. I like that the mater is written clearly and it is easy to understand. I think that the CD is perfect for all ages and professions”.*

*“More material must be created in future, to interest pupils and pleasure them by studding chemistry”.*



**Figure 1.** *The reaction with Georgian national dancing*



**Figure 2.** *Chemical Theater*

## CONCLUSIONS:

With the introduction of new technology, school sstudents have become more interested in chemistry. After these lessons we receive a motivated school sstudent, who likes chemistry and is surprised, because s/he believed chemistry was a “terrible and dull” subject. Motivation does not fade. For every subsequent lesson, their motivation gets stronger. Brief extract with description of program you can see at the following link

[http://www.youtube.com/watch?feature=player\\_embedded&v=JiXSb4Qlaag](http://www.youtube.com/watch?feature=player_embedded&v=JiXSb4Qlaag)  
[http://www.youtube.com/watch?feature=player\\_embedded&v=D2RPOfn2j8g](http://www.youtube.com/watch?feature=player_embedded&v=D2RPOfn2j8g)  
[http://www.youtube.com/watch?feature=player\\_embedded&v=hPxCb1g-DAY](http://www.youtube.com/watch?feature=player_embedded&v=hPxCb1g-DAY)  
[http://www.youtube.com/watch?feature=player\\_embedded&v=D2RPOfn2j8g](http://www.youtube.com/watch?feature=player_embedded&v=D2RPOfn2j8g)

## ACKNOWLEDGMENTS:

The author would like to express her appreciation to Rustaveli National Science Foundation and Ilia State University for financial support for making educational program in chemistry.

## REFERENCES:

1. Uznadze, D. The Psychology of Mood. Tbilisi 1979; pp 44-57. **(Book)**
2. Woolfolk, A. Educational psychology. Allyn and Bacon, Sydney 2000. pp 122-130. **(Book)**
3. Kupatadze, K. P.S.J. “Georgia Chemical Journal”, 2005, 3(5), pp.107-118 **(Journal Article)**.
4. Kask, U. Rawn, J.D. General Chemistry, Oxford, England 2000. **(Book)**
5. Freemantle, M. Chemistry in Action, “Mir”, Moscow 1991. **(Book)**



## SÍNTESE DO CROMITO DE COBRE (II)

## SYNTHESIS OF COOPER CHROMITE (II)



FAILLACE, Jacyra Guimarães<sup>1\*</sup>; MEDEIROS, Marta Eloisa<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Instituto Federal do Rio de Janeiro, Rua Lúcio Costa, cep 23456-009, Nilópolis – RJ, Brasil  
(fone: +55 21 2691 9800; fax: +55 21 3013 9018)

<sup>2</sup> Universidade Federal do Rio de Janeiro, Instituto de Química, Departamento de Química Inorgânica, Cidade Universitária, CT, Bloco A, cep 21945-970, Rio de Janeiro – RJ, Brasil  
(fone: +55 21 2562 7146)

\* FAILLACE, J.G.  
e-mail: jgfaillace@gmail.com

Received 19 June 2012; accepted 14 December 2012

### RESUMO

Propelentes sólidos são materiais com queima controlada e um dos tipos utilizados como combustível é o propelente sólido do tipo *composite*, utilizando  $\text{NH}_4\text{ClO}_4$  como agente oxidante e alguns aditivos. Dentre eles, o  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  destaca-se como acelerador de queima (Shen, 1983; West, 1984; Meyer, 1987; Campos *et al*, 2010). Uma grande parte dos sítios são ativados pela adsorção dos reagentes e, devido a isso, aumentam a velocidade da decomposição do  $\text{NH}_4\text{ClO}_4$  (Rastogi, 1978). No presente trabalho, realizou-se a síntese do composto  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  pelos métodos da coprecipitação e cerâmico, com o propósito de comparar diferenças estruturais, térmicas e morfológicas advindas dos métodos empregados, utilizando as técnicas de DRX, FT-IR, TGA, DSC, MEV e determinação da densidade. Os resultados apontam melhores aspectos para o composto sintetizado pelo método cerâmico, com maior cristalinidade, estabilidade térmica até  $1000^\circ\text{C}$  e morfologia mais definida, com grãos apresentando geometrias tetraédrica e octaédrica e tamanho aproximado de 3750nm, bem próximo ao da literatura, 3700nm (Smith & Snyder, 1969). Entretanto o método cerâmico torna-se mais dispendioso por utilizar insumos com alta pureza, bem como por utilizar temperaturas elevadas para a síntese do produto, que é utilizado em grande escala na fabricação de propelentes para diversos fins.

**Palavras-chave:** Cromito de cobre, síntese inorgânica, análise instrumental.

### ABSTRACT

Solid propellants are materials with controlled burning and one of the type used as fuel is solid propellant type composite,  $\text{NH}_4\text{ClO}_4$  using as oxidizing agent and certain additives. Among them, stands out as  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  accelerator burning (Shen, 1983; West, 1984; Meyer, 1987; Campos *et al*, 2010). Some of sites are activated by adsorption of reagents and because of this, increase the speed of decomposition of  $\text{NH}_4\text{ClO}_4$  (Rastogi, 1978). In the present study, we performed the synthesis of compound  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  by the methods of coprecipitation and ceramic, for the purpose of comparing structural differences, thermal and resulting morphological methods employed using the techniques XRD, FT-IR, TGA, DSC, SEM and density determination. The results show the best aspects to the compound synthesized by ceramic method, with higher crystallinity, thermal stability up to  $1000^\circ\text{C}$  and morphology more defined, with grains having geometries tetrahedral and octahedral and approximate size of 3750nm, very close to the literature, 3700nm (Smith & Snyder, 1969). However, the ceramic method becomes more expensive to use high purity raw materials, as well as use elevated temperatures for the synthesis of the product, which is used widely in manufacturing propellants for various purposes.

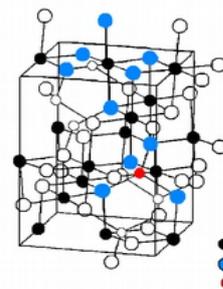
**Keywords:** cooper chromite, synthesis, instrumental analysis.

## INTRODUÇÃO

Propelentes sólidos são materiais cujo processo de combustão ocorre de maneira controlada, de forma a permitir o aproveitamento da energia liberada para a geração de gases, empuxo em motores-foguete, calor e acionamento de dispositivos mecânicos. Um dos tipos de propelentes atualmente mais utilizados como combustível de foguetes é o propelente sólido do tipo *composite*, utilizando o perclorato de amônio como agente oxidante, envolvido por uma matriz plástica com composição definida e alguns aditivos, tais como agentes de cura e aceleradores de queima (Meyer, 1987; Campos *et al*, 2010).

West (1984) e Shen (1983) sugerem que a ignição deste material é inicialmente controlada pela adição de certos óxidos de metais de transição, entre eles  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MnO}_2$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CuO}$  e cromito de cobre (II),  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$ , sendo que este último destaca-se por apresentar atividade catalítica superior aos demais. Esses materiais têm a função de acelerar e estabilizar a decomposição térmica do agente oxidante perclorato de amônio,  $\text{NH}_4\text{ClO}_4$ , à temperatura ambiente e apresentam esta propriedade devido ao grande número de defeitos em sua estrutura cristalina. Sendo assim, uma grande parte dos sítios são ativados pela adsorção dos reagentes e, devido a isso, aumentam a velocidade da decomposição do  $\text{NH}_4\text{ClO}_4$  (Rastogi, 1978). Este fato desperta o interesse para o estudo do cromito de cobre (II) aplicado à decomposição térmica do perclorato de amônio (El-Awad, 2000; Boldyrev, 2006; Prajakta, 2008; Inder, 2009).

O Cromito de cobre (II) deriva da estrutura cristalina do tipo espinélio, pela compressão ao longo de um dos eixos, resultando em uma cela unitária tetragonal. A distribuição atômica é normal, onde os átomos de cobre ocupam sítios tetraédricos, com quatro átomos de oxigênio vizinhos nos vértices de um tetraedro distorcido e os átomos de cromo ocupam os sítios octaédricos, com seis átomos de oxigênio vizinhos nos vértices de um octaedro distorcido, Figura 1. (Yé, 1994).



**Figura 1-** Estrutura esquemática do  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$

Estudos térmicos mostram que ocorre mudança de fase do sistema cristalino da estrutura do cromito de cobre (II), de tetragonal, com grupo espacial  $I4_1/amd$  para cúbico, com grupo espacial  $Fd3m$  à temperatura aproximada de  $550^\circ\text{C}$  (De *et al*, 1982; Padmanaban, 1990).

O cromito de cobre (II) também se destaca em outras aplicações, tais como em materiais refratários, onde as condições atmosféricas do forno oscilam de alcalino para neutro (Papp, 1997) e na hidrogenação catalítica de aldeídos para obtenção de álcoois (Calingaert, 1934).

Este trabalho tem como objetivo sintetizar o cromito de cobre pelos métodos da coprecipitação e cerâmico e posterior comparação das características estruturais e térmicas dos produtos obtidos pelos dois métodos.

## PARTE EXPERIMENTAL

O cromito de cobre (II) foi sintetizado por dois métodos distintos: método da coprecipitação e método cerâmico (método dos óxidos). Em seguida, foram feitas medidas físicas nos compostos, para a determinação de suas características estruturais e térmicas.

Para a síntese do cromito de cobre (II) pelo método da coprecipitação foi preparada inicialmente uma solução  $0,18\text{molL}^{-1}$  de dicromato de potássio, neutralizada em seguida com hidróxido de amônio concentrado, até mudança de coloração de alaranjado para amarelo, em pH igual a 8,0. Em seguida, adicionou-se solução  $4\text{molL}^{-1}$  de sulfato de cobre pentahidratado, obtendo-se um precipitado marrom de cromato básico de cobre. Efetuou-se filtração à pressão reduzida, seguida da lavagem

do precipitado e posterior secagem em estufa a 110°C (Calingaert, 1934; Faillace, 2001; Kawamoto, Pardini & Rezende, 2004 e Edrissi, Hosseini, Soleymani, 2011).

O composto obtido foi triturado, peneirado a 250 mesh e calcinado à temperatura de 500°C por 2 horas em atmosfera de ar (Faillace, 2001; Stroupe, 1949).

Para a síntese do cromito pelo método cerâmico, misturaram-se quantidades estequiométricas de óxido de cromo (III), Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e óxido de cobre (II), CuO, na proporção molar de 1:1 e, em seguida, calcinou-se a mistura a 900°C/24h em cadinho de platina na forma de pastilhas (Faillace, 2001; Dollase, 1997; Manoharan, 1990).

Para a caracterização dos produtos obtidos pelos métodos empregados, utilizaram-se as medidas físicas descritas a seguir. Para a análise por Difractometria de Raios-X (DRX), foi utilizado o método do pó, com radiação CuK $\alpha$  (1,5418Å), com filtro de níquel, em equipamento JEOL 80/30 e os dados foram analisados pelo programa PCPDFWIN (Windows pdf2, 1998) com banco de dados JCPDF. Os dados de DRX usados no programa DICVOL (Louër, 1992) foram também obtidos no equipamento JEOL 80/30, nas mesmas condições em que foram analisados os dados anteriores.

A Espectroscopia de Infravermelho por transformada de Fourier (IV), foi utilizada para a varredura dos espectros na região de 4000 a 400cm<sup>-1</sup> com resolução de 4cm<sup>-1</sup>, usando-se pastilhas de KBr, em equipamento NICOLET MAGNA-IR 760.

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foi realizada no Microscópio Eletrônico DSM 960 fabricado pela empresa ZEISS, tensão de 20kV, com ampliação até 10000X e escala de 1 $\mu$ m para o produto obtido pelo método da coprecipitação, e 5000X e escala de 2 $\mu$ m para o produto obtido pelo método cerâmico.

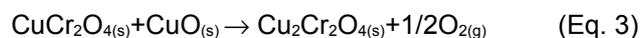
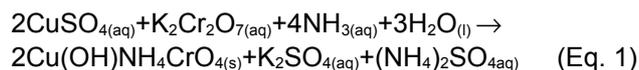
Para obtenção das curvas de Análise Termogravimétrica (TGA), utilizou-se para a análise cerca de 3mg de amostra, submetendo-se a uma faixa de temperatura de 30 a 1100°C, em cadinho de platina, com razão de aquecimento de 5°C/min e fluxo de gás nitrogênio com vazão igual a 50mL/min, realizada em equipamento TGA-50 da SHIMADZU.

Utilizou-se cerca de 3mg de amostra para

a obtenção das curvas de Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC), aquecendo-se em cadinho de platina a uma faixa de temperatura de 30 a 650°C, com razão de aquecimento de 5°C/min e fluxo de gás nitrogênio com vazão igual a 50mL/min, realizada em equipamento SHIMADZU DSC-50.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO:

O método da coprecipitação consiste na síntese do produto sob condições controladas, onde obtém-se um gel de cor marrom, cromato básico de cobre, Equação 1, que, após tratamento térmico a 500°C, forma um material policristalino, de coloração preta, CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, reação 2 (Faillace, 2001; Yé, 1994). Aumentando-se a temperatura de calcinação do produto para 600°C, observa-se a mudança de coloração de preta para cinza escuro com aspecto brilhante, devido à formação de uma outra fase, Cu<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, reação 3 (Shukla, 1984).

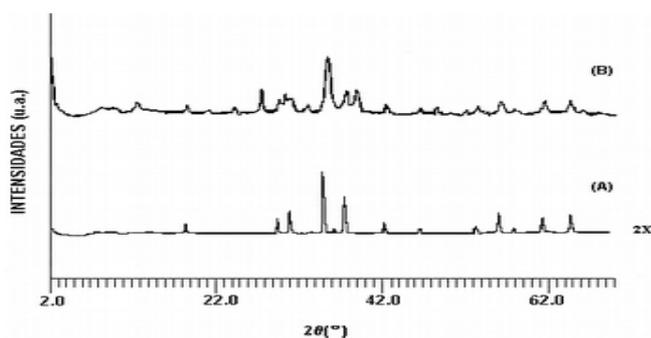


A síntese do CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> foi analisada por DRX, sendo os resultados mostrados na Figura.

Aquecendo-se o composto a 500°C, Figura 2B, pode-se notar a presença de um pico expressivo de intensidade da reflexão em 2 $\theta$ (°)=35,48, indicando a formação de uma fase com cristalinidade acentuada. À temperatura aproximada de 550°C ocorre a mudança do sistema cristalino do composto, de tetragonal para cúbico (De *et al*, 1982; De *et al*, 1981; Padmanaban, Avasthi & Ghose, 1990).

A obtenção da fase tetragonal de CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> pelo método cerâmico, Figura 2A, através da calcinação da mistura dos óxidos a 900°C por 24 horas, mostrou para os resultados de DRX que a fase tetragonal obtida para o composto CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> apresenta acentuado perfil cristalino e com os picos de difração mais importantes bem definidos, observado pela presença de intensidades das reflexões em 2 $\theta$ (°)=29,60; 31,08; 35,20 e 37,72. Além disso, nesta fase observa-se que as reflexões dos óxidos de

origem encontram-se presentes com intensidades bem inferiores às demais, de acordo com a Equação 3.



**Figura 2** – DRX do  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  obtido pelos métodos: (A) tratamento térmico da mistura de óxidos a  $900^\circ\text{C}/24\text{h}$  e (B) precipitado aquecido a  $500^\circ\text{C}$  obtido por coprecipitação.



Pela sobreposição dos difratogramas referentes aos compostos obtidos por ambos os métodos, Figuras 7A e 7B, observa-se que o composto sintetizado pelo método cerâmico apresenta melhor perfil, com reflexões de maior intensidade e melhor definidas com largura a meia altura menores do que para o composto sintetizado pelo método da coprecipitação, sendo, portanto, mais cristalino do que este.

**Tabela 1.** Parâmetros da cela unitária obtidos pelo programa DICVOL dos compostos sintetizados pelos métodos cerâmico e coprecipitação.

cela	literatura	cerâmico	coprecipitação
a=b (Å)	6,033	6,035	6,023
c (Å)	7,782	7,779	7,820
$\alpha=\beta=\gamma$ (°)	90	90	90
$V(\text{Å})^3$	283,31	283,31	283,73
F	(30)=52	(13)=17,5	(11)=13,9

Visando à verificação de possíveis alterações na estrutura do cromito de cobre (II), provenientes dos métodos de síntese empregados, foi feito um estudo mais detalhado deste aspecto pela técnica de difração de raios-x, realizando a indexação dos respectivos

difratogramas de pó pelo método dicotômico, utilizando o programa DICVOL91 (Louër, D., DICVOL91 – VERSÃO PC, 30/12/1992) dados obtidos para ambos os compostos foram comparados com os da literatura, conforme Tabela 1 (Bergerhoff *et al.*, 1983).

Este procedimento revelou que as reflexões obtidas puderam ser indexadas como pertencentes a uma cela unitária tetragonal, com os respectivos parâmetros previamente tabelados, onde F trata-se da figura de mérito, ou seja,  $F_n = N/[\Delta 2\theta]N_{\text{poss}}$ , sendo  $N_{\text{poss}}$  o número de possíveis linhas de difração, N são as linhas de difração observadas e  $[\Delta 2\theta]$  o valor da discrepância entre os valores de  $2\theta$  observados e calculados (Faillace, 2001).

Os parâmetros da cela unitária encontrados para ambos os compostos são bem próximos aos da literatura, principalmente os obtidos pelo método cerâmico. Além disso, o valor de F, que determina a exatidão na posição e no perfil das linhas de difração, foi maior para o composto sintetizado pelo método cerâmico, demonstrando que o mesmo possui um perfil mais completo do difratograma e uma melhor exatidão do que os dados obtidos para o método da coprecipitação.

O número revelado a partir dos dados de difração do composto obtido pelo método cerâmico confirma possuir este um perfil de difração com precisão maior do que o sintetizado via coprecipitação.

Tais resultados apontam que o composto sintetizado pelo método cerâmico é mais cristalino do que o composto obtido pelo método da coprecipitação. Além disso, possui um número de defeitos menores, ou seja, um ordenamento estrutural a longa distância bem maior do que o composto obtido pelo método da coprecipitação.

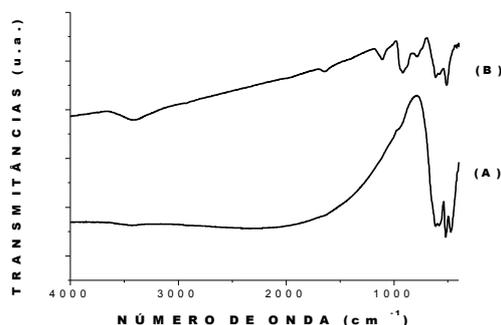
Os espectros de IV, figura 3, do composto sintetizado por coprecipitação mostram a formação estrutural a curta distância do material  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$ , pelo perfil e posição das bandas a  $511$  e  $614\text{cm}^{-1}$ , referentes à presença do grupo  $\text{Cr}_2\text{O}_4^{2-}$  (Arsène *et al.*, 1978).

Pela espectroscopia, figura 3A, verifica-se, de maneira geral, a formação estrutural a curta distância do material  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$ , pelo perfil e posição das principais bandas referentes à

presença do grupo  $\text{Cr}_2\text{O}_4^{2-}$ ,  $\nu_2$  e  $\nu_1$  a  $521$  e  $614\text{cm}^{-1}$ . Observou-se também, figura 3A, uma banda a  $408\text{cm}^{-1}$  de baixíssima intensidade, correspondente ao precursor óxido de cromo (III), e as bandas de estiramento Cr-O  $\nu_2$  e  $\nu_1$ , bem intensas e definidas a  $521$  e  $614\text{cm}^{-1}$  respectivamente, provenientes da formação da fase tetragonal de  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  (White & Deangelis, 1967).

Além disso, é importante ressaltar que não foi possível observar a presença das bandas a  $441$  e  $534\text{cm}^{-1}$ , correspondentes ao precursor óxido de cobre (II), e nem as bandas a  $444$  e  $566\text{cm}^{-1}$ , que correspondem ao precursor óxido de cromo (III), tendo em vista que estas podem encontrar-se sobrepostas àquelas que correspondem ao composto formado, cromito de cobre (II),  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$ . Apenas a banda a  $614\text{cm}^{-1}$  é comum aos espectros do cromito e do óxido de cromo (III), devido a ligação Cr-O existente em ambos os compostos. A mistura apresenta também uma banda estreita à curta distância, em  $475\text{cm}^{-1}$ , com desdobramento em  $520\text{cm}^{-1}$  correspondente ao estiramento  $\nu_2$  do composto cromito de cobre (II) sintetizado, além de outra banda estreita a  $590\text{cm}^{-1}$  com desdobramento em  $615\text{cm}^{-1}$ , referente a  $\nu_1$  do mesmo composto.

Analisando o composto pela técnica de espectroscopia de infravermelho, Figura 3, itens (A) e (B), verificou-se um melhor perfil do espectro do composto sintetizado pelo método cerâmico, mostrando bandas correspondentes aos estiramentos  $\nu_1$  e  $\nu_2$  com maior intensidade e melhor definição do que o método da coprecipitação.



**Figura 3** – Espectros de IV do  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  obtido pelos dois métodos: (A) tratamento térmico da mistura de óxidos a  $900^\circ\text{C}/24\text{h}$  e (B) precipitado aquecido a  $500^\circ\text{C}$  por coprecipitação.

O íon livre  $\text{Cr}_2\text{O}_4^{2-}$  possui simetria  $\text{Oh}$ , portanto devia-se esperar seis modos normais de vibrações fundamentais (White & Deangelis, 1967), ou seja:

$$\Gamma = A_1(\text{R}) + E_1(\text{R}) + 4T_2(\text{R,IV}) \quad (\text{Eq 5})$$

destes, somente possui atividade infravermelho os modos  $T_2$ .

Sendo assim, pode-se dizer que o espectro de infravermelho na região de  $4000-400\text{cm}^{-1}$  para o íon  $\text{Cr}_2\text{O}_4^{2-}$  apresenta um número de quatro vibrações características.

As bandas de absorção características da presença dos modos vibracionais do octaedro  $\text{Cr}_2\text{O}_4^{2-}$ , relativas ao composto  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  obtido pelos dois métodos já descritos, são comparadas com as absorções encontradas na literatura e as divergências entre os valores encontrados na literatura para os modos vibracionais  $\mu_1$  e  $\mu_2$  do composto obtido pelo método da coprecipitação ocorre devido ao método de síntese utilizado, obtendo compostos com diferentes graus de ordenamento estrutural a curta distância (Faillace, 2001).

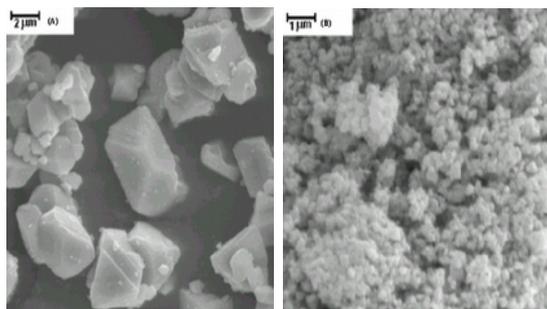
As micrografias que representam as morfologias dos compostos obtidos pelo método cerâmico e por coprecipitação podem ser observadas nas figuras 4A e 4B, respectivamente.

Na figura 4B, tem-se a micrografia do  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  obtido pelo método da coprecipitação, na qual se verifica um agregado de partículas pequenas e irregulares, com superfície rugosa e tamanhos que variam de  $160-180\text{nm}$ . Tal morfologia é típica de materiais sintetizados por esse método com posterior calcinação (Medeiros, 1995).

O composto obtido pelo método cerâmico, figura 4A, exibe partículas bem maiores do que as observadas para o gel aquecido a  $500^\circ\text{C}$ , apresentando tamanho aproximado de  $3750\text{nm}$ , bem próximo ao da literatura ( $3700\text{nm}$ ) (Smith & Snyder, 1969). Além disso, pode-se notar que os grãos possuem formas geométricas definidas como tetraédricas e octaédricas.

Portanto, pode-se observar que o composto obtido pelos dois métodos possuem morfologias com acentuadas diferenças, que

influenciam em suas propriedades térmicas, como verificado no estudo do comportamento térmico realizado a seguir.



**Figura 4** – Micrografia do  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  obtido pelos métodos: (A) cerâmico e (B) coprecipitação.

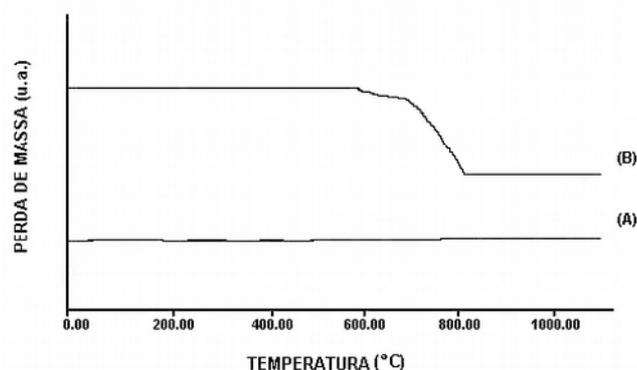
O comportamento térmico do cromito de cobre (II) sintetizado pelo método de coprecipitação observado por termogravimetria (TGA), figura 5B, mostrou possuir estabilidade térmica até  $600^\circ\text{C}$ , apresentando perda de massa de 96% a partir deste ponto. Tais resultados confirmam relatos, dando conta que alterações estruturais no composto  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  com perda de massa e conseqüente formação de  $\text{Cu}_2\text{Cr}_2\text{O}_4$  ocorram acima desta temperatura (Shukla, 1984).

Por outro lado, para o método cerâmico, figura 5A, a curva de TGA do material sintetizado mostrou possuir esta estabilidade térmica até  $1100^\circ\text{C}$ , não se observando perda de massa nesta faixa de temperatura, ou seja, este apresenta uma estabilidade de  $500^\circ\text{C}$  maior do que o sintetizado pelo outro método.

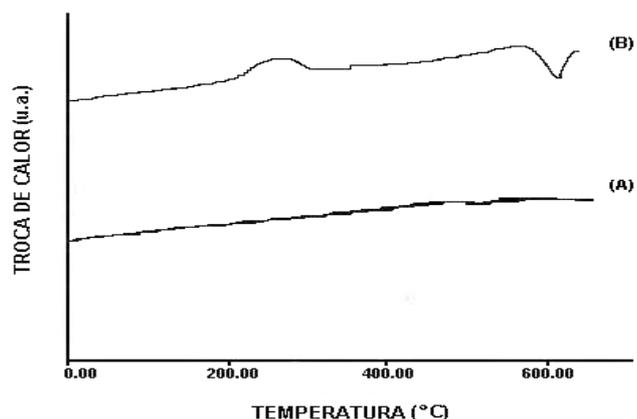
A curva de calorimetria diferencial de varredura (DSC) para o método da coprecipitação, figura 6B, apresenta um pico exotérmico a  $240^\circ\text{C}$ , decorrente de uma transição ordem-desordem, proveniente de um possível rearranjo da cela unitária do composto. Ao se atingir a temperatura de  $550^\circ\text{C}$ , observa-se o surgimento de um pico endotérmico, que pode corresponder tanto à mudança do sistema cristalino do composto, de tetragonal para cúbico (De *et al*, 1982; De *et al*, 1981; Padmanaban, Avasthi & Ghose, 1990), como também à perda de massa verificada na curva de TGA durante a decomposição térmica do  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$ , quando o sistema atinge a temperatura de  $600^\circ\text{C}$ . Os resultados obtidos pela curva de DSC para o composto sintetizado pelo método cerâmico, figura 6A, não apresentam eventos térmicos até

a temperatura de  $650^\circ\text{C}$ , denotando um perfil bem diferente daquele encontrado para o composto obtido por coprecipitação.

Sendo assim, pode-se dizer que o composto  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  obtido pelos dois métodos de síntese apresentam comportamento térmico bem distintos. O composto sintetizado pelo método cerâmico, embora obtido a alta temperatura de  $900^\circ\text{C}$  por 24 horas, possui estabilidade térmica até  $1100^\circ\text{C}$ , enquanto o do método da coprecipitação, apesar de ter sido obtido a uma temperatura mais baixa,  $500^\circ\text{C}$ , é bem menos estável, iniciando a sua decomposição a  $600^\circ\text{C}$ , o que confere uma diferença de  $500^\circ\text{C}$  de estabilidade térmica para os dois casos. Essa diferença se deve a variação de morfologia, tamanho de partículas, etc (Vallet, 1972).



**Figura 5** – Curva TGA do  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  obtido pelos métodos: (A) cerâmico  $900^\circ\text{C}/24\text{h}$  e (B) coprecipitação.



**Figura 6** – Curva DSC do  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  obtido pelos métodos: (A) cerâmico  $900^\circ\text{C}/24\text{h}$  e (B) coprecipitação.

O valor encontrado para a densidade real do composto obtido pelo método da coprecipitação foi de  $4,511\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ , bem próximo

ao valor encontrado em literatura ( $4,500\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ ) (Manoharan, 1990). Entretanto, o composto obtido pelo método cerâmico apresenta-se mais denso do que o do método anterior, ou seja,  $5,498\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ , bem maior do que o encontrado para a fase descrita em literatura. Este fato pode ser atribuído a diferenças de morfologia dos compostos (Medeiros, 1995).

Tendo em vista os resultados apresentados para os compostos obtidos pelos métodos empregados, percebe-se que o sintetizado pelo método cerâmico possui aspectos estruturais, térmicos e morfológicos superiores ao composto obtido pelo método da coprecipitação, verificado por possuir maior cristalinidade e estabilidade térmica, bem como morfologia mais definida.

## CONCLUSÕES:

A fase tetragonal do  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  pode ser sintetizada pelas duas metodologias propostas: método cerâmico e método da coprecipitação. Os materiais apresentam comportamento estrutural, morfológico e térmico distintos para os métodos propostos, de acordo com as técnicas de DRX, FT-IR, TGA, DSC, MEV e determinação da densidade. Entretanto, ambos os métodos mostraram-se adequados para sintetizar o composto a ser utilizado como acelerador da decomposição térmica do oxidante  $\text{NH}_4\text{ClO}_4$  de propelentes sólidos. Em contrapartida, esse método torna-se inviável economicamente, pois os insumos utilizados são de alta pureza para prensagem e calcinação a custos bastante elevados. O produto mais indicado para ser utilizado em propelentes sólidos é o sintetizado pelo método da coprecipitação, por utilizar reagentes de baixo custo e poder ser obtido em quantidade adequada para ser utilizado como aditivo de propelentes.

## AGRADECIMENTOS:

IPqM, PUC-Rio e CENPES/PETROBRÁS pela viabilização da caracterização dos materiais.

## REFERÊNCIAS:

1. Meyer, R., *Explosives*, Wiley-VCH, terceira edição, Weinheim, **1987**, 285.
2. Campos, E.A. *et al J. Aerosp.Technol.*

- Manag.*, São José dos Campos, 2010, Vol.2, No.3, 323-330, Sep-Dec.
3. West, A.R., *Solid State Chemistry and its Applications*, John Wiley & Sons Ltd, Chichester - New York - Brisbane - Toronto - Singapore, **1984**.
4. Shen, S. & Wu, B., *Thermochimica Acta*, **1993**, 223, 135.
5. Rastogi, R.P., Singh, G. & Singh, R.R., *Combustion and Flame*, **1978**, 33, 305.
6. M. El-Awad, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, **2000**, 61, 197-208.
7. Boldyrev, V.V., *Thermochimica Acta*, **2006**, 443, 1-36.
8. Prajakta R. Patil, V. N. Krishnamurthy, Satyawati S. Joshi, *Propellants, Explosives, Pyrotechnics*, **2008**, 33, No 4.
9. Inder Pal Singh Kapoor, Pratibha Srivastava, Gurdip, Singh *Propellants Explos. Pyrotech.* **2009**, 34, 351-356.
10. Yé, Z.-G., *et al, Ferroelectrics*, **1994**, 162, 103.
11. De, K.S., *et al., Journal of Solid State Chemistry*, **1982**, 43, 261.
12. Padmanaban, N.; Avasthi, B.N. & Ghose, J., *Journal of Solid State Chemistry*, **1990**, 86, 286.
13. Papp, J.F., *Minerals Review* [The American Ceramic Society Bulletin], **1997**, 76(6), 84.
14. Calingaert, G. & Edgar, G., *Industrial and Engineering Chemistry*, **1934**, 26(8), 878.
15. Faillace, J.G., *Dissertação de Mestrado*, Universidade Federal do Rio de Janeiro, **2001**.
16. Stroupe, J.D., *Journal of American Chemical Society*, **1949**, 71, 569.
17. Dollase, W.A. & O'Neill, H.St.C., *Cristallographica Acta*, **1997**, C53, 657.
18. Manoharan, S.S.; Kumar, N.R.S. & Patil, K.C., *Material Research Bulletin*, **1990**, 25, 731.
19. Yé, Z.-G., *et al, Ferroelectrics*, **1994**, 162, 103.
20. Shukla, C.S., *Indian Journal of Chemistry*, **1984**, 23A, 872.
21. De, K.S., *et al, Journal of Solid State Chemistry*, **1982**, 43, 261.
22. De, K.S., *et al, Journal of Thermal Analysis*, **1981**, 22, 13.
23. Padmanaban, N.; Avasthi, B.N. & Ghose, J., *Journal of Solid State*

- Chemistry*, **1990**, 86, 286.
24. Arsène, J., *et al*, *Revue de Chimie Minérale*, **1978**, 15, 657.
25. White, W.B. & Deangelis, B.A., *Spectrochimica Acta*, **1967**, 23A, 985.
26. Louër, D., DICVOL91 – VERSÃO PC, 30/12/1992, Laboratoire de Cristalochimie, Université de Rennes, France.
27. Bergerhoff, G.; Hundt, R.; Sievers, R.; Brown, I. D., *Nat. Bur. Stand. (US) MONOGRAPH*, **1983**, 25, 20, 46.
28. Smith, G.S. & Snyder, R.L., *Journal of Applied Physics*, **1969**, 12, 60.
29. Vallet, P., *Thermogravimétrie*, Gauthier-Villars, éditeur, Paris, **1972**.
30. Medeiros, M.E., *Tese de Doutorado*, UNICAMP, **1995**.
31. Manoharan, *et al*, *Material Research Bulletin*, **1990**, 25(6), 731.
32. Kawamoto, A.M, Pardini, L.C., Rezende, L.C. *Aerospace Science and Technology*, **2004**, 8, 591–598.
33. Edrissi, M., Hosseini, S.A., Soleymani, M., *Micro & Nano Letters*, **2011**, 6, Iss. 10, 836–839.
34. PCPDFWIN, Windows PDF-2, International Centre for Diffraction Data, 1998.



# SÍNTESE, COMPLEXOMETRIA, ANÁLISE TÉRMICA E CONDUTÂNCIA MOLAR DOS CLORETOS DE LANTÂNIO, NEODÍMIO E ÉRBITO HIDRATADOS



## SYNTHESIS, COMPLEXOMETRY, THERMAL ANALYSIS AND MOLAR CONDUCTANCE OF LANTHANUM CHLORIDE, NEODYMIUM AND ERBIUM HYDRATED

COSTA, Luiz Henrique Medeiros da; LIMA, Francisco José Santos;  
e SILVA, Ademir Oliveira da

Universidade Federal do Rio Grande do Norte – Instituto de Química  
Natal, RN – CEP 59072-970, Campus Universitário

\* Autor correspondente  
e-mail: [limafjs@yahoo.com](mailto:limafjs@yahoo.com)

Received 16 December 2011; received in revised form 16 December 2011; accepted 06 September 2012

### RESUMO

Os cloretos de lantânio, neodímio e érbio foram preparados a partir dos seus respectivos óxidos em suspensão aquosa com adição lenta de ácido clorídrico e posteriormente colocados em dessecador. Os compostos foram caracterizados através da titulação complexométrica com EDTA, termogravimetria (TG) e condutância molar. As curvas TG foram realizadas em ar sintético e verificamos suas estabilidades térmicas, e o processo de decomposição térmica. Os resultados obtidos pela titulação e pela TG possibilitaram estabelecer a estequiometria dos complexos, que se apresentaram como:  $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{NdCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  e  $\text{ErCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ . A condutância molar, em água, nos informou um tipo de eletrólito 1:3, evidenciando que os íons cloretos não estão coordenados ao lantanídeo e se encontram fora da esfera de coordenação nestes sais complexos.

**Palavras-Chave:** cloretos de lantanídeos, sais complexos, condutância molar.

### ABSTRACT

The lanthanum, neodymium and erbium chlorides were prepared from your respective starting oxides in aqueous suspension with slow addition of hydrochloric acid and later placed in desiccator. The compositions were characterized through of the complexometric titrations with EDTA, thermogravimetry (TG) and molar conductance. The TG curves were accomplished in synthetic air and we verified your thermal stabilities, and the process of thermal decomposition. The results obtained by the titration and for TG they made possible to establish the stoichiometry of the compounds that came as:  $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{NdCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  e  $\text{ErCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ . The molar conductance, in water, informed us a type of electrolyte 1:3, evidencing that the ions chlorides is not coordinated to the lanthanides and they are out of the coordination sphere in these complex salts.

**Keywords:** lanthanides chloride, complexes salts, molar conductance

### Introdução

#### Lantanídeos

Recebem o nome de lantanídeos, lantanóides, ou ainda terras-raras, o conjunto ou série de elementos localizados no período 6 da tabela periódica com números atômicos que vão do lantânio (La, Z = 57) ao lutécio (Lu, Z =

71). Juntamente com os actínídeos, esse conjunto constitui os elementos de transição interna. [LEE, 1996; Heslop, 1973; COTTON, 1988; HUHEY, 1983; Greenwood, 1986; Hart, 1987; Shriver, 1994].

O nome é derivado do elemento químico que inicia a sequência, o lantânio, sendo que o termo terra-rara foi usado, inicialmente, para descrever qualquer óxido de ocorrência pouco conhecida. Com um total de quinze componentes, os elementos deste grupo possuem propriedades físicas e químicas semelhantes às do lantânio, justificando assim o nome com que são designados. Na tabela periódica, os lantanídeos estão situados abaixo da lista convencional, ao lado dos actínídeos, formando uma tabela mais bem distribuída. Algumas tabelas situam este conjunto entre os elementos bário (Ba) e háfnio (Hf), tornando a tabela muito mais longa. Os lantanídeos, quando puros, são brilhantes e de coloração prateada. Em alguns casos, o contato com o oxigênio do ar faz com que sejam reduzidos a pó em poucos dias. [MOELLER, 1975]

Segundo recomendações da IUPAC (União Internacional de Química Pura e Aplicada), usa-se o termo lantanídeo para designar os elementos do lantânio ao lutécio e terras raras quando aos lantanídeos são incluídos o escândio (Sc, Z = 21) e o ítrio (Y, Z = 39) [Leigh, 1990].

Suas propriedades físicas e químicas variam significativamente quando as substâncias derivadas das terras-raras apresentam impurezas quando combinam com outros elementos, principalmente no que se refere a seus pontos de fusão e ebulição. [MOELLER, 1975]

Descobriu-se na Suécia do final do século XVIII uma série de minerais que receberam a denominação de terras-raras e compreendiam elementos químicos de características peculiares. Os terras-raras começaram a ser isolados a partir de 1839, quando C. G. Mosander isolou o cério e o lantânio, e mais tarde, em 1843, o ítrio, o térbio e o érbio. [MARTINS et.al., 2005]. Outros onze elementos foram isolados até o início do século XX, e finalmente em 1945, cientistas americanos observaram e isolaram o promécio a partir de produtos de fissão do urânio-235. A estrutura atômica desses elementos,

conhecidos posteriormente como lantanídeos, foi explicada após a descoberta do conceito de orbitais. Os lantanídeos apresentam propriedades químicas semelhantes e seu raio atômico vai diminuindo conforme aumenta o número atômico, porém em variações não muito grandes. [LEE, 1996].

A industrialização dos lantanídeos começa com o seu emprego na fabricação de camisas de lampiões. Suas propriedades vão se tornando mais conhecidas e seus compostos são cada vez mais utilizados, como na produção de ligas pirofóricas para isqueiros, baterias recarregáveis e aplicações metalúrgicas diversas. Hoje em dia o uso dos lantanídeos é bastante diverso, como por exemplo, matéria-prima de catalisadores destinados ao tratamento de emissões automotivas e no craqueamento do petróleo. São ainda empregados na fabricação de lasers e em materiais luminescentes, lâmpadas fluorescentes e tubos de raios catódicos de aparelhos de televisão, além de outros usos semelhantes. Deste grupo, o que encontra maior aproveitamento atualmente é o cério [Zinner, 1982].

## Metodologia

Foram sintetizados os cloretos de terra raras (de Lantânio, de Érbio e de Neodímio) a partir dos seus respectivos óxidos, em suspensão aquosa, com adição lenta de ácido clorídrico concentrado (reação 1:10), em excesso, sob agitação constante, e em seguida deixado para secar em banho-maria a uma temperatura de 60 °C, até a formação de cristais. Posteriormente, foi colocado no dessecador a fim de secar o sal para retirar a umidade presente, segundo procedimento já utilizado [MELO *et al.*, 2009].

Após a síntese dos cloretos, foram realizadas algumas caracterizações. As técnicas utilizadas foram a titulação complexométrica com EDTA, a análise termogravimétrica e a condutância molar.

Em primeiro lugar foi feita a titulação complexométrica com EDTA. Foi utilizada uma solução tampão de ácido acético-acetato de sódio com pH 5.8, alaranjado de ortoxilenol

(como indicador) e piridina (como agente complexante auxiliar). Essa titulação tem por finalidade nos fornecer a estequiometria dos compostos sintetizados, através da análise direta do teor de metal. Com os resultados da titulação foram calculadas as massas molares dos compostos e a quantidade de água na esfera de coordenação do metal. Com o volume do titulante EDTA, foi possível estipular as estequiometrias dos compostos, a partir das equações:

i) Massa molar da amostra

$$M_{am} = m_{am} / [N_{edta} \cdot V_{edta} (L)]$$

ii) Número de mols de água de hidratação

$$nH_2O = [M_{am} - M_{sal\ anidro}] / M_{H_2O}$$

onde,  $m_{am}$  é a massa da amostra titulada com EDTA,  $N_{edta}$  e  $V_{edta}$  são respectivamente a concentração normal (normalidade) e o volume em litros gasto do titulante,  $M_{sal\ anidro}$  é a massa molar do sal anidro,  $M_{H_2O}$  é a massa molar da água [MELO *et al.*, 2009].

Em segundo lugar, foi realizada a termogravimetria, que é uma técnica termoanalítica na qual a variação de massa da amostra (perda ou ganho) é determinada em função da temperatura ou do tempo, enquanto a amostra é submetida a uma programação controlada de temperatura. As curvas termogravimétricas foram feitas através do equipamento Shimadzu TGA-50H com uma razão de aquecimento de  $10^\circ C\ min^{-1}$ , sob atmosfera dinâmica de ar sintético. Com os resultados obtidos foi feito os cálculos das porcentagens de perda de massa em função da temperatura.

Seguidamente, foi utilizada a técnica de caracterização: por condutância molar, através de um condutivímetro digital QUIMIS, modelo Q405, para medir a condutividade dos compostos e do solvente (água deionizada), realizada a uma temperatura de  $25^\circ C$ , segundo método descrito por Geary [GEARY, 1971], que foi repetida em triplicata.

Na condutância, obtivemos primeiro, o valor da constante de célula ( $K_c$ ) do equipamento, por meio de uma solução padrão de KCl 0,1 mol/L. Em seguida, realizamos as medidas das condutâncias dos sais complexos.

O uso de medidas de condutância eletrolítica é de grande aplicação como informação de partida, para a elucidação da provável estequiometria e simetria de um dado complexo. A partir da determinação da interação entre o cátion metálico e o ânion, obtidos em soluções com solventes específicos, pode-se, com a estequiometria proposta, avaliar a possibilidade de coordenação dos ligantes e estimar, em alguns casos, a possível estequiometria dos compostos [GUTTMAN, 1976]. Segue abaixo o desenvolvimento dos cálculos realizados.

A resistência R de um condutor uniforme com uma seção transversal é proporcional ao comprimento l e inversamente proporcional a seção transversal da área A do condutor, segundo a Equação 1.

$$i) \quad R = \rho \cdot l / A = (1 / \kappa) \cdot l / A = 1 / L \quad \text{Eq. 1}$$

A constante da substância  $\rho$ , é conhecida como resistência específica ou resistividade,  $\kappa$  é a condutância específica ou condutividade e L a condutância, que é o inverso da resistência ( $L=1/R$ ). A relação  $l/A$ , é conhecida como constante da cela e possui dimensão  $cm^{-1}$ . Normalmente usa-se  $\rho$  para condutores metálicos e  $\kappa$  para eletrólitos. Desta forma a condutividade para uma solução de eletrólitos é dada pela Equação 2, onde  $\kappa$  tem dimensões:  $\Omega^{-1} cm^{-1}$ . No sistema SI o símbolo para condutância é S (Siemens) e a unidade de condutividade é Siemens por metro ( $S\ m^{-1}$ ). Onde  $1\ S = 1\ \Omega^{-1}$  [ATKINS, 1990]

$$ii) \quad L = \kappa \cdot A / l = \kappa \cdot 1 / K_c \quad \text{Eq. 2}$$

Ao medir a condutividade de uma solução, as dimensões da célula (comprimento e área entre os eletrodos) podem ser determinadas. Contudo, a célula é normalmente calibrada com uma solução de condutividade conhecida e a razão da medida da condutividade a ser tabulada da solução conhecida fornece diretamente a razão do

comprimento pela seção transversal da célula

$l/A$ . Esta razão é também conhecida como a constante da célula e é determinada usando soluções de KCl de condutividade conhecidas. [ATKINS, 1990]

De acordo com a Equação 2 a condutância  $L$  registrada no equipamento é multiplicada pelo inverso da constante da célula. A condutividade do solvente é diminuída da condutividade da solução determinada.

A condutividade não é apropriada para comparar eletrólitos devido a forte dependência em relação a concentração dos mesmos. Para este propósito é melhor determinar a condutividade molar ( $\Lambda_M$ ). Esta é determinada a partir da constante de célula  $K_c$  e da concentração molar  $M$  da substância na solução eletrolítica conforme Equação 3. [MOORE, 1976].

$$\text{iii) } \Lambda_M = (L_{\text{solu}} - L_{\text{solv}}) \cdot K_c \cdot 10^3 / M \quad \text{Eq. 3}$$

onde:

$\Lambda_M$  - Condutância Molar ( $S \text{ cm}^2 \text{ mol}^{-1}$ )

$L_{\text{solu}}$  - Condutância Molar da solução (Siemens - S)

$L_{\text{solv}}$  - Condutância Molar do solvente (Siemens - S)

$K_c$  - Constante de célula ( $\text{cm}^{-1}$ )

$M$  - Concentração Molar da solução (Mol/L)

## Resultados e Discussões:

De acordo com os resultados obtidos pela titulação complexométrica com EDTA e pela análise térmica, mostrados na tabela 1. Foi possível estabelecer a estequiometria dos cloretos de lantânio, de neodímio e de érbio.

Analisando as curvas termogravimétricas observamos de um modo geral, que as primeiras perdas da decomposição dos complexos de lantanídeos se devem a saída das moléculas de águas que estão na esfera de coordenação. Essas perdas começam aproximadamente em  $118^\circ\text{C}$  e se

estendem até  $270^\circ\text{C}$ , onde ocorrem as perdas de moléculas de água que estão ligadas mais fortemente. Após essa etapa, para os compostos de cloreto de lantânio e cloreto de neodímio, foi proposto que há reação com oxigênio molecular proveniente do ar sintético, com formação de oxicloretos como resíduo, e saída parcial de cloro como cloro molecular. Em relação ao cloreto de érbio, após a etapa das perdas de moléculas de água, seguiu-se uma etapa na qual há formação de um resíduo misto de oxicloreto de érbio e cloreto de érbio anidro, atribuído pelos cálculos, finalizando com a formação do resíduo misto de oxicloreto de érbio e óxido de érbio na última etapa como resíduo e saída parcial de cloro molecular.

Com esta proposta de análise pelas curvas TG, e juntamente com as atribuições da complexometria, concluímos que os sais complexos apresentam as seguintes fórmulas:  $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{NdCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  e  $\text{ErCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , conforme apresentado nas tabelas figuras 1, 2 e 3, respectivamente.

Como foi citado acima, o uso da técnica de condutância molar, é bastante útil para a elucidação da estequiometria e simetria dos compostos. De acordo com os resultados obtidos e comparados com a literatura, observou-se que os cloretos de terras raras podem ser classificados como tipo de eletrólitos 1:3, tal como mostrado na Tabela 3. Comparando os resultados com a literatura, podemos inferir que esses sais complexos têm um comportamento típico de eletrólito 1:3, pois eletrólitos do tipo 1:1 temos como exemplo o composto:  $\text{PtCl}_4 \cdot 3\text{NH}_3$ , do qual há apenas um cloreto fora da esfera de coordenação. Já para eletrólitos do tipo 1:2 temos o composto  $\text{CoCl}_2 \cdot 5\text{NH}_3$ , onde há dois cloretos fora da esfera de coordenação. Nos cloretos de terras raras, temos todos os cloretos, que são três, fora da esfera de coordenação, levando-nos a classificar como eletrólitos 1:3. Por fim, temos como exemplo de eletrólitos 1:4 o complexo  $\text{PtCl}_4 \cdot 6\text{NH}_3$ , possuindo todos os cloretos na valência primária (iônicos e por isso não coordenados). Portanto, comparando os resultados obtidos com a tabela pesquisada na literatura, há concordância com o proposto.

## Conclusões:

De acordo com os resultados, a síntese e caracterização dos cloretos de terras raras foram satisfatórias. Os sais apresentaram as cores características dos metais utilizados, sendo os compostos bastante higroscópicos. Foram devidamente recristalizados, utilizando a bomba de vácuo para retirar a umidade presente. Para a caracterização dos sais foram utilizadas as técnicas de titulação complexométrica com EDTA, termogravimetria (TG) e condutância molar. As análises permitiram inferir a estequiometria dos sais de lantanídeos, apresentada na Tabela 1 que estão em conformidade com as propostas das curvas TG mostradas nas Figuras 1, 2 e 3, indicando as seguintes estequiometrias:  $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{NdCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  e  $\text{ErCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ . Os resultados da condutância molar em solução aquosa revelaram que os sais hidratados apresentaram um comportamento típico de eletrólitos 1:3, quando comparados com as medidas experimentais já relatadas pela literatura pesquisada [LEE, 1999] e citadas nas Tabelas 2. A importância da síntese e caracterização destes compostos, se deve a utilização destes sais complexos, como compostos de partida para a formação de sistemas conversores de luz [ATKINS, 1981; PITZER, 1965; BERRY *et al.*, 1980; ATKINS, 1983; THOMPSON, 1979; SINHA, 1982].

#### Agradecimentos:

À PROPESQ pelo incentivo à pesquisa fundamental e aplicada e ao CNPq pela bolsa de iniciação científica concedida.

#### Referências Bibliográficas:

- 1 - ATKINS, P. W., 1983 - Molecular Quantum Mechanics - 2ª Ed., Oxford University Press - Printed in Great Britain.
- 2 - ATKINS, P. W., 1990 - Physical Chemistry, 4th Ed. Oxford University Press.
- 3 - ATKINS, P. W. 1991 - Quanta - 2ª Ed. Oxford University Press, New York.
- 4 - BERRY, R. S. RICE, S. A. AND ROSS, J., 1980 - Physical Chemistry - John Wiley Sons, New York.
- 5 - COTTON, F. A. AND WILKINSON, F. R. S., 1988 - Advanced Inorganic Chemistry. A Comprehensive Text. - 5ª Ed., Ch.20, 955-

- 79 (Ln) e Ch. 21, 980-1017 (An), Wiley-Interscience Publication, New York.
- 6 - GEARY W. J., 1971. - The Use Of Conductivity Measurements In Organic Solvents For The Characterization Of Coordination Compounds - Coord. Chem. Rev., 81-122.
- 7 - GREENWOOD, N. N. AND EARNSHAW, A., 1986 - Chemistry of The Elements - Ch.20, 1102-10, 3ª Ed., Pergamon Press, Printed in Great Britain.
- 8 - GUTTMAN, V., 1976 - Empirical Parameters for Donor and Acceptor Properties of Solvents. Electrochim. Acta 21, 661-70.
- 9 - HART, F. A., 1987 - Scandium, Yttrium and The Lanthanides - Comprehensive Coordination Chemistry - Ed. Sir Geoffrey Wilkinson, F. R. S. - 1ª Ed., Vol. 3 - Main Group Early Transition Elements, Ch. 39, 1059-1127, Pergamon Press, 1ª Ed., Oxford, England.
- 10 - HESLOP, R. B. et ROBINSON, P. L. 1973 - Chemie Inorganique, Ch.32, 648-56 (Ln) e Ch.33, 657-74, (An) - Flammarion, printed in France.
- 11 - HUHEY, J. E., 1983 - Inorganic Chemistry, Principles of Structure and Reactivity - Ch.16, 795-820, 3ª Ed., Harper International SI Ed., New York.
- 12 - LEE, J. D., 1996 - Química Inorgânica Não Tão Concisa. Ed. Edgard Blucher LTDA, SP.
- 13 - LEIGH, G. J., 1990 - Em IUPAC Nomenclature of Inorganic Chemistry, Recommendations 1990 e Leigh, G. J., ed.; Blackwell Scientific: Oxford, p. 43.
- 14 - MARTINS, T. S.; ISOLANI, P. C., 2005 - Terras Raras: Aplicações Industriais e Biológicas, Quím. Nova, vol., 28, nº 1, São Paulo, Jan./FEB, pag.111-117.
- 15 - MELO, R. M., LIMA, F. J. S., SILVA, A. O. E BRAGA, C. C. M., 2009 - Síntese e Caracterização dos Maleatos de Lantânio, Neodímio e Érbio. - Periódico Tchê-Química, 06, 11, 31-42.
- 16 - MOELLER, T., 1975 - The Chemistry of The Lanthanides. Comprehensive Inorganic Chemistry, Vol. 4, Ch. 44, 1-101, Pergamon Pres.
- 17 - MOORE, W. J., 1976 - Físico-Química, Ed. Edgard Blucher, SP, Vol. 2 , pg. 394-399.
- 18 - PITZER, K. S. 1965 - Quantum Chemistry - Prentice-Hall, Inc. 7a Ed.

- 19 - SHRIVER, D. F. ATKINS, P. W., LANGFORD, C. H., 1994 – Inorganic Chemistry – 2<sup>nd</sup> Edition.
- 20 - SINHA, S. P., 1982 - Some Spectroscopic Aspects of the Lanthanides - An. Acad. Ciênc. do Estado de São Paulo, 36, 1-71.
- 21 - THOMPSON, L. C., 1979 - Complexes - Handbook on the Physics and Chemistry of Rare Earths, V.3, Ch. 25, 209-97
- 22 - ZINNER, L. B., 1982 - Produção e

Aplicações de Terras Raras. Um Campo Pouco Explorado no Brasil - VI Simpósio Anual da ACIESP, Anais da ACIESP, Vol.1, 110-46.

Tabela 01 – Resultados da Titulação complexométrica com EDTA

METAL	MASSAMOLECULAR (g/mol)		n° H <sub>2</sub> O	
	Teór.	Exper.	Teór.	Exper
La	371,40	368,42	7	7
Nd	376,73	370,21	7	6
Er	381,73	395,34	6	7

Tabela 02 – Valores de Condutância Molar experimentais em solução aquosa para compostos conhecidos, citados pela literatura [LEE, 1996].

órmula Empírica	Condutância Molar (S cm <sup>2</sup> mol <sup>-1</sup> )	Números de íons	Fórmula de Werner
Não eletrólitos			
PtCl <sub>4</sub> .2NH <sub>3</sub>	3,52	0	[Pt(NH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> Cl <sub>4</sub> ]
PtCl <sub>4</sub> .2NH <sub>3</sub>	6,99	0	[Pt(NH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> Cl <sub>4</sub> ]
Eletrólitos 1:1			
NaCl	124	2	-
PtCl <sub>4</sub> .3NH <sub>3</sub>	97	2	[Pt(NH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> Cl <sub>3</sub> ]Cl
PtCl <sub>4</sub> .NH <sub>3</sub> KCl	109	2	K[Pt(NH <sub>3</sub> )Cl <sub>5</sub> ]
Eletrólitos 1:2 e 2:1			
CaCl <sub>2</sub>	261	3	-
CoCl <sub>3</sub> .5NH <sub>3</sub>	261	3	[Co(NH <sub>3</sub> ) <sub>5</sub> Cl]Cl <sub>2</sub> .
PtCl <sub>4</sub> .4NH <sub>3</sub>	229	3	[Pt(NH <sub>3</sub> ) <sub>4</sub> Cl <sub>2</sub> ]Cl <sub>2</sub>
PtCl <sub>4</sub> . 2KCl	256	3	K <sub>2</sub> [PtCl <sub>6</sub> ]
Eletrólitos 1:3 e 3:1			
LaCl <sub>3</sub>	393	4	-
PtCl <sub>4</sub> .5NH <sub>3</sub>	404	4	[Pt(NH <sub>3</sub> ) <sub>5</sub> Cl]Cl <sub>3</sub>
CoCl <sub>3</sub> .6NH <sub>3</sub>	431	4	[Co(NH <sub>3</sub> ) <sub>6</sub> ]Cl <sub>3</sub>
Eletrólito 1:4			
PtCl <sub>4</sub> .6NH <sub>3</sub>	523	5	Pt(NH <sub>3</sub> ) <sub>6</sub> ]Cl <sub>4</sub>

Tabela 3 - Condutância molar dos cloretos de lantanídeos hidratados em solução aquosa a 25 °C.

Compostos	$L_{\text{solu}}$ (S) $\times 10^{-3}$	$L_{\text{solv}}$ (S) $\times 10^{-6}$	Concentração (mol L <sup>-1</sup> ) $\times 10^{-3}$	Condutância Molar (S cm <sup>2</sup> mol <sup>-1</sup> )
Cloreto de Lantânio	5,10	39,05	1,000	438,48
Cloreto de Neodímio	4,91	39,05	1,000	422,02
Cloreto de Érbio	5,28	39,05	1,000	454,08

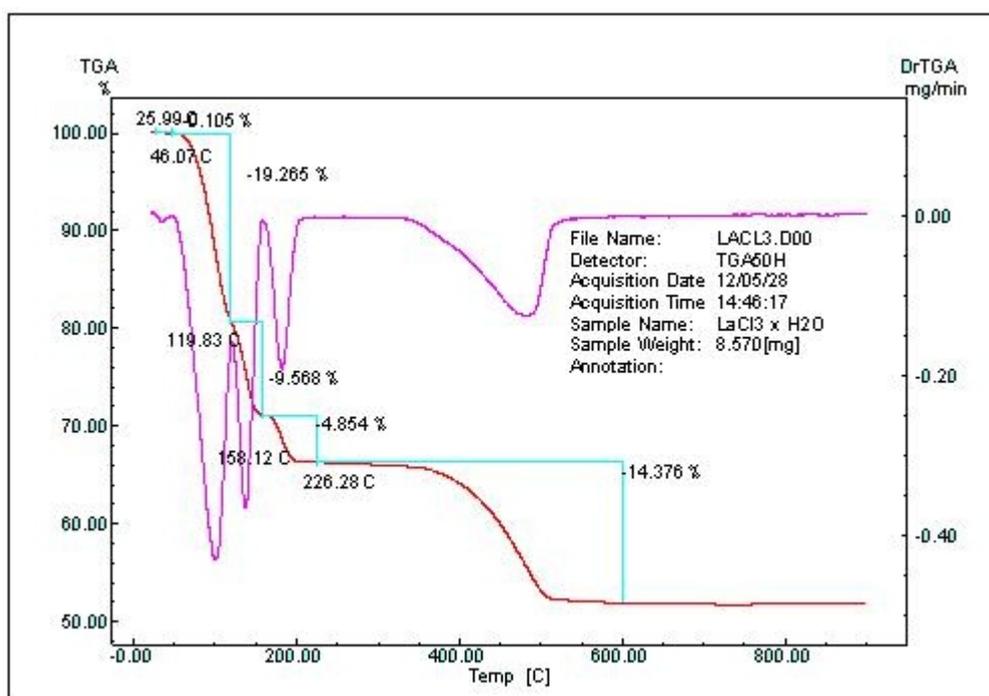


Figura 01 – Curva de análise térmica gravimétrica (TG) do cloreto de lantânio.

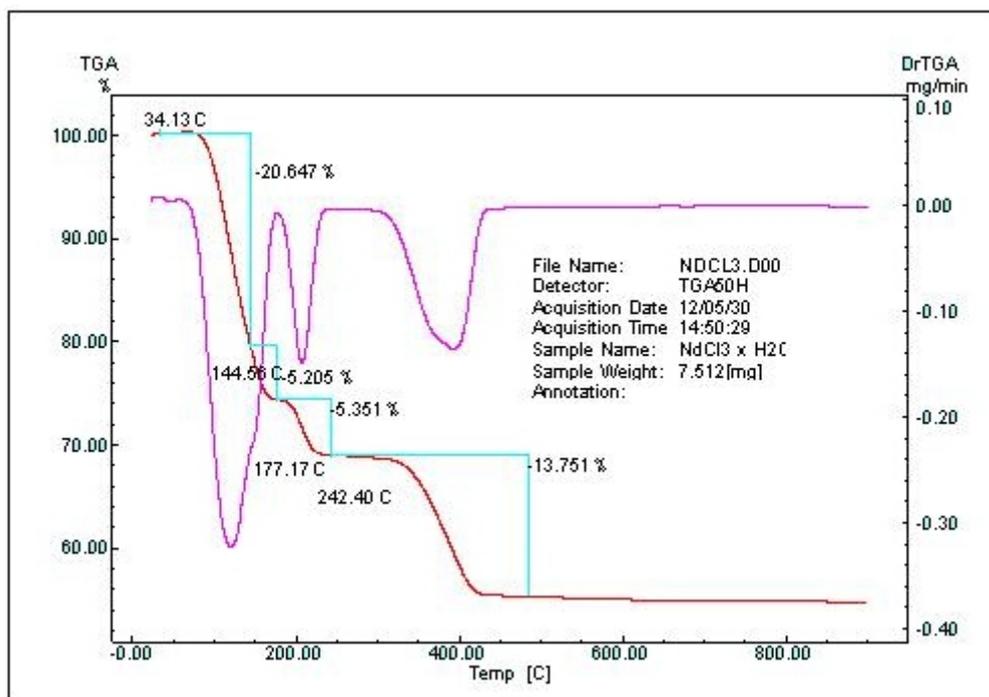


Figura 02 – Curva de análise térmica gravimétrica (TG) do cloreto de neodímio.

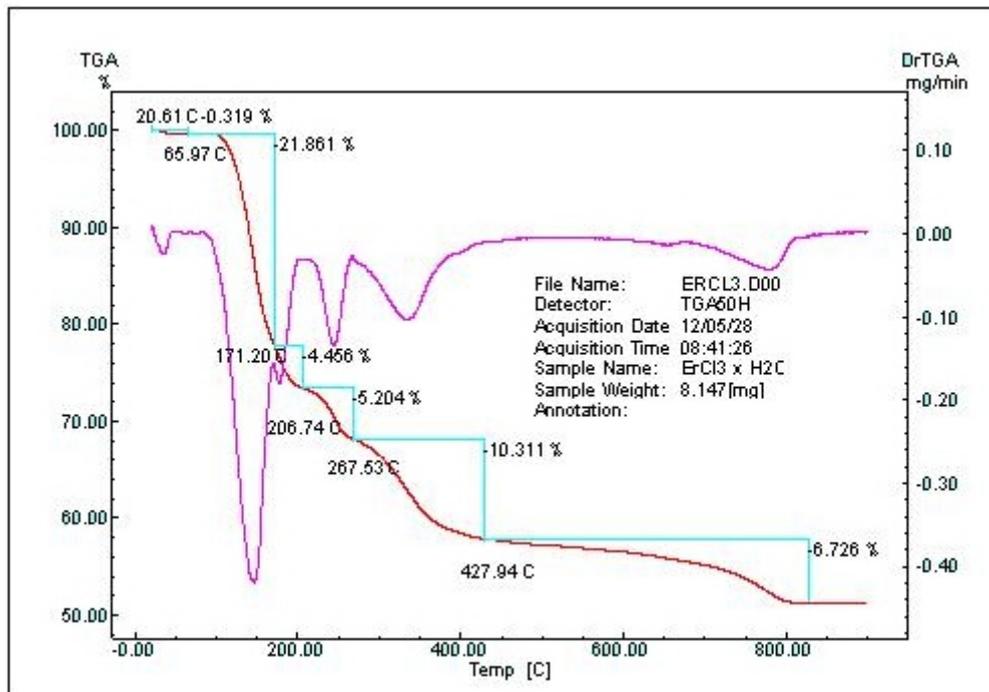


Figura 03 – Curva de análise térmica gravimétrica (TG) do cloreto de érbio.



**PIBID/ UERN- AN EVALUATIVE OVERVIEW OF SCHOOL MANAGEMENT AND TEACHING PRACTICE IN A PUBLIC INSTITUTION OF EDUCATION**

TARGINO, Ozaina Alves<sup>1\*</sup>; SOUZA, Luan Duarte<sup>2</sup>; FALCONIERI, Antonio Gautier Farias<sup>3</sup>

<sup>1,2,3</sup> Universidade Do Estado do Rio Grande do Norte, Faculdade de Química, Departamento de Química  
BR 110 – KM 46 – Rua Prof. Antônio Campos, s/n – Bairro Costa e Silva  
fone (84) 33152241

\* Autor correspondente  
e-mail: [oa.targino@hotmail.com](mailto:oa.targino@hotmail.com)

Received 16 December 2011; received in revised form 16 December 2011; accepted 06 September 2012

## RESUMO

O programa PIBID que vêm em favor da melhoria do ensino nas escolas públicas, na UERN o programa visa atender o fortalecimento inicial dos estudantes de licenciaturas através de práticas acadêmicas inovadoras. Nesse sentido, foi realizada uma pesquisa utilizando a técnica de entrevista semi- estruturada, com a finalidade de caracterizar a Gestão Escolar e a Atuação Docente, nas disciplinas de ciências naturais e matemática de uma escola de Mossoró/RN, tendo como objetivo coletar informações referentes às rotinas escolares e aos programas curriculares, com o propósito de subsidiar as atividades docentes. Assim, através dessa atividade, pode-se verificar na escola investigada a dificuldade de planejamento, e em consequência disso à existência de um Projeto Político Pedagógico defasado, falta de sintonia entre professores, gestores, alunos e comunidade, e que o conselho existente na escola está desativado por falta de tempo e interesse dos envolvidos e por esse mesmo motivo os docentes não buscam sua formação continuada. Com isso, a pesquisa proporcionou conhecer a rotina e os problemas da escola, para assim fornecer sugestões metodológicas e mecanismos de superação e dessa forma proporcionar melhorias na gestão, organização escolar e docência, adequando à educação nesta instituição.

**Palavras-chave:** *Ensino-aprendizagem, semi-estruturada, gestão escolar.*

## ABSTRACT

The PIBID program which come in favor of improving education in publics schools, in UERN the program initially focus on enriching the curricula of graduate students providing them the opportunity to put their knowledge in practice. In this direction, a field research was held in a high school, located at Mossoró/RN, aiming to characterize the School Management and the Teaching Performance in natural sciences and mathematics classes by observing the scholar routines and analyzing the proposed curriculum. Then, through this field research, it was possible to notice planning difficulties and, thus, outdated teaching policies, which reflected in a low synergy among teachers, students and society, an inefficient school board, and little to no interest of the school staff in archiving post-graduated degrees or investing in others self-improving experiences. This research also provided a concise and wide view of the school's routines and problems, permitting the researches to suggest new teaching methodologies and overcoming mechanism to improve the management, organization and teaching of that school.

**Keyword:** *Teaching and learning, semi-structured school management.*

## INTRODUÇÃO

### O PIBID

O Programa Institucional de Bolsas de Iniciação a Docência – PIBID – promovido pelo MEC/CAPES/FNDE que vem atender ao plano de metas “Compromisso de Todos pela Educação”, previsto no Plano de Desenvolvimento da Educação (PDE), em favor da melhoria do ensino nas escolas públicas, promovendo a articulação integrada da educação superior do sistema federal com o sistema público de ensino, além de proporcionar aos futuros professores a participação em ações, experiências metodológicas e práticas docentes inovadoras, de acordo com a realidade da escola participante do programa. <sup>1</sup>

### O PIBID/UERN

Na UERN – Universidade do Estado do Rio grande do Norte – o programa visa atender o fortalecimento inicial dos estudantes de licenciaturas através de práticas acadêmicas inovadoras a fim de construir e compartilhar saberes, conhecimentos e idéias aderentes ao redimensionamento de estratégias de ensino-aprendizagem, capazes de colaborar com a formação continuada dos professores do Ensino Médio. O programa visa também à valorização do magistério e apoio aos estudantes de licenciatura plena, elevando a qualidade das ações acadêmicas voltadas à formação inicial de professores nas instituições de ensino superior inserindo assim os discentes no cotidiano das escolas da rede pública de educação, além de contribuir com a participação dos futuros professores em experiências metodológicas, tecnológicas e práticas docentes de caráter inovador e interdisciplinar que busquem a superação de problemas identificados no processo de ensino-aprendizagem. Incentivando também as escolas públicas a tornarem-se protagonistas nos processos formativos dos estudantes das licenciaturas, mobilizando seus docentes como co-formadores que futuramente estarão à frente dessa realidade. <sup>2</sup>

## 3 A PESQUISA

Nesse sentido, foi realizada uma pesquisa com a finalidade de caracterizar a Gestão Escolar e a sua Atuação Docente, tendo como objetivo coletar informações referentes às rotinas

escolares e aos programas curriculares, com o propósito de subsidiar as atividades docentes. Essa pesquisa foi realizada no Centro de Educação Integrada Professor Eliseu Viana, localizado na cidade de Mossoró, no Rio Grande do Norte, onde o universo pesquisado foram os professores referentes às disciplinas de Matemática, Física, Química e Biologia; Supervisores e Gestores. Este trabalho utilizou-se de uma entrevista semi-estruturada\*, onde necessitou de muita preparação para com os “facilitadores”, pois por se tratar de uma atividade de contato pessoal, houve a necessidade de “um guia que servisse de eixo orientador ao desenvolvimento da mesma” <sup>3</sup>, mas sem uma ordem rígida, a fim de que a entrevista tivesse o propósito de se adaptar ao entrevistado, mantendo-se um grau elevado de flexibilidade e mudança das questões. <sup>4</sup>

Este trabalho assume grande importância para os bolsistas dos cursos de licenciaturas, principalmente para o curso de química, pois possibilitará ao graduando em uma reflexão acerca dos princípios norteadores para a formação do professor, através da inclusão dos mesmos nas escolas, desenvolvendo em si várias habilidades como: planejar e criar atividades, construção de materiais didáticos que possibilitem o ensino-aprendizagem de conceitos científicos de forma bem didática, e essa atividade irá ajudar no pensamento crítico do aluno de química, para após juntamente com corpo escolar (professores e gestores) intervir e ajudar na melhoria do ensino de Química. Além disso, este trabalho irá coletar os dados dos projetos e rotinas da escola, as áreas de conhecimentos, bem como coordenação de planejamento, as principais dificuldades encontradas para o processo de ensino-aprendizagem e os programas de ensino, onde tudo isso será discutido ao longo deste artigo.

“Contudo, toda a escola e sua comunidade, não só o professor e o sistema escolar, precisam se mobilizar e se envolver para produzir as novas condições de trabalho, de modo a promover a transformação educacional pretendida”. (BRASIL, 1999, p. 208). Nos dias

□ É aquela que parte de certos questionamentos básicos, apoiados em teorias e hipóteses, que interessam à pesquisa e que, em seguida, oferecem amplo campo de interrogativas, fruto de novas hipóteses que vão surgindo à medida que se recebem as respostas do informante. (Introdução à pesquisa em Ciências Sociais- Augusto N. S. Triviños. P. 145 a 158).

atuais, em um ambiente com inúmeras mudanças, se faz necessário uma preparação maior por parte de todo o corpo escolar (professores e gestores), onde o planejamento é crucial, pois com o passar do tempo as atividades tornam-se defasadas, necessitando de novas metodologias que permitam resoluções de problemas no presente e, que o Planejamento Escolar seja pensado como um processo de interferência da realidade para melhorar o futuro.

5

## DESENVOLVIMENTO

Esse trabalho consiste numa pesquisa qualitativa que trata de percepções e entendimento sobre a natureza geral de uma questão, abrindo espaço para a interpretação do caso estudado. Utilizando a entrevista semi-estruturada que consiste na preparação de um esboço de perguntas necessárias no andamento dos trabalhos sendo flexível e adaptável a situação investigativa.

Os componentes tinham em mãos a Atividade de Pesquisa de Caracterização da Gestão Escolar e da Atuação Docente previamente elaborada pelos coordenadores participantes do programa que era dividida em dois itens: A- Dados dos Projetos e Rotinas da Escola, direcionada para os gestores e supervisores, nessa parte da entrevista questionava-se sobre o Projeto Político Pedagógico da escola, reuniões e o calendário de planejamento, os recursos humanos e tecnológicos que a escola oferece a formação continuada dos docentes e gestores da escola em questão. A parte B- Dados do Programa de Ensino, direciona aos docentes, onde se procurou saber como eram selecionados os conteúdos, como era realizado e quais os tipos de avaliações e se a escola oferece biblioteca, laboratórios e outros. A equipe executora da pesquisa era composta por 05 pessoas, onde cada uma tinha um papel fundamental para este tipo de entrevista, tinha-se 02 moderadores ou facilitadores, com o objetivo de orientar e desenvolver a mesma, 02 relatores encarregados de descrever todo o processo, ficando assim 01 membro da equipe para registrar através de fotos e gravações.

As entrevistas foram realizadas individualmente, onde cada professor ou gestor respondeu as perguntas feitas e expôs suas informações sobre a escola e seus pensamentos individuais a respeito da mesma. As atividades

ocorreram em dois dias, nos turnos matutinos e vespertinos, de forma que todos os professores pudessem ser entrevistados sem prejudicar os horários de aulas dos mesmos.

## RESULTADOS:

No total foram entrevistadas 10 profissionais, sendo 07 professores e 03 gestores (Diretora, Vice-Diretora e Coordenadora Pedagógica), dos docentes entrevistados apenas 04 fazem parte do programa PIBID, sendo um por cada área de conhecimento (Química, Física, Matemática e Biologia) e outros 03 professores não participam do programa. Foram obtidos os seguintes resultados na parte inicial da pesquisa.

### A- Dados dos Projetos e Rotinas da Escola (Supervisor/Gestor)

Quadro 1 – Rotinas Escolares		
Questões	Resposta	
	Sim	Não
a) A escola possui projeto pedagógico?	3	0
b) O conselho escolar está em funcionamento?	3	0
c) A escola possui calendário de planejamento?	3	0

Quadro 1. Rotinas Escolares

Como se trata de uma entrevista semi-estruturada, cada pergunta referente ao quadro 1 - Rotinas Escolares, sugere outra, quadro 2 - Rotinas Escolares, para que em conjunto se obtenha os resultados pretendidos. Veja:

Quadro 2 – Rotinas Escolares
Questões surgidas ao longo da entrevista
Os PPP são postos em práticas por inteiro?
Qual a frequência das reuniões do conselho?
Qual a periodicidades desses encontros?

Quadro 2. Rotinas Escolares

Relacionado ao PPP da escola (questão a, quadro 2) os docentes mencionaram que “é impossível” de colocar em prática o Projeto Político Pedagógico por completo, em vista das dificuldades existentes na escola, onde mencionou o “tempo” que era pouco, “muitos professores tem que trabalhar em outras escolas, para complementarem seus salários, por isso falta tempo para as reuniões de planejamento e

sem elas é difícil de trabalhar tudo”, relata um gestor.

Em resposta aos quadros 1 e 2 (Rotinas Escolares) relacionada à segunda questão, os gestores afirmaram que as reuniões do conselho já aconteceram com mais frequência, porém hoje não está ativa. Já relacionado ao calendário de planejamento, questão c (quadro 1 e 2), ocorrem em dias letivos.

Como já mencionado anteriormente, esta entrevista foi dividida em duas partes, porém para um melhor entendimento dos resultados obtidos, foi necessário fazer uma subdivisão do item A - Dados dos Projetos e Rotinas da Escola (Supervisor/Gestor) em tabelas diferentes.

Quadro 3 – Rotinas Escolares e formação dos docentes
Questões surgidas ao longo da entrevista
1) Os docentes desta escola vêm desenvolvendo sua formação continuada nos últimos 10 anos?
2) A escola dispõe de biblioteca em funcionamento? *

\* Essa pergunta foi dirigida aos docentes.

#### Quadro 3. Rotinas Escolares e formação dos docentes

Relacionado ao item 1 do quadro 3 - Rotinas escolares e Formação dos docentes, foram questionados se os docentes das disciplinas correspondentes ao projeto (Física, Química, Biologia e Matemática) buscam uma formação contínua \*□: Os entrevistados citaram participações de alguns docentes no GESTAR - Programa Gestão da Aprendizagem Escolar; ProInfo - Programa Nacional de Informática na Educação; e PIBID. Porém não souberam especificar as áreas. Para finalizar as atividades com os docentes, comentou-se a questão bibliotecária (questão 2 - quadro 3). Todos os entrevistados ressaltaram a questão de funcionar, porém precariamente, o acervo de livro é muito pequeno segundo eles, por fim, o mediador perguntou se os mesmos incentivam

□\* “Toda atividade que o professor em exercício realiza com uma finalidade formativa- tanto de desenvolvimento profissional como pessoal, individualmente ou em grupo- para um desempenho mais eficaz das suas tarefas atuais ou que o preparem para o desempenho de novas tarefas”. (García Alvarez, 1987, p. 23).

os alunos a irem à biblioteca; a maioria falou que não muito, pois não há muita opção de livros.

## PARTE B- DADOS DO PROGRAMA DE ENSINO – PROFESSOR

A seguir, o quadro 6 (Dados dos Programas de Ensino (Professor) é referente às cinco questões direcionadas aos docentes da escola, as mesmas se encontram que abordam assuntos como: livro didático, PCN's, atividades contínuas, projetos interdisciplinares e uso laboratório.

### DISCUSSÕES:

#### A Escola

Ao término deste trabalho se pôde conhecer profundamente esta instituição de ensino, bem como suas atividades de pesquisa, características dos gestores e a atuação dos docentes. Através dos dados colhidos em relação à atuação dos gestores, observou-se no quadro I- Rotinas Escolares, que os gestores (questão 1) estão cientes das responsabilidades existentes; em relação ao PPP da Escola, vimos que o mesmo existe, porém não é aplicado por inteiro, “impossível” diz um entrevistado. Nesse contexto se observa a importância de uma revisão no projeto pedagógico, visto que transformação de qualidade são as palavras-chave, fazendo-se necessário identificar os problemas reais da escola, e a partir daí construir uma *nova escola*, pois é conhecendo os obstáculos que se consegue a superação dos mesmos. “Adequar à escola a seu público atual é torná-la capaz de promover a realização pessoal, a qualificação para um trabalho digno, para a participação social e política, enfim, para uma cidadania plena da totalidade de seus alunos e alunas. Isso indica a necessidade de revisão do projeto pedagógico de muitas escolas que não se renovam há décadas, criadas em outras circunstâncias, para outro público e para um mundo diferente deste dos nossos dias” (PCN's+, 2002, p. 10).<sup>6</sup> Apesar do Projeto Político do centro ter se renovado, é possível ver que o mesmo possui muitas atividades que estão apenas para preencher, mas na prática poucas coisas são realizadas.

Na questão 2 (quadro 1 e 2), relacionado ao conselho escolar, viu-se que o mesmo existe, e participam dele pais, alunos e funcionários. Disse um entrevistado: “temos dificuldades para reunir os membros do conselho, pelos

desencontros nas disponibilidades dos mesmos”. Neste sentido pôde-se ver uma grande desarticulação da escola, o que impossibilita a transformação pretendida, onde acontece apenas a transmissão de conhecimentos disciplinares estandardizado, na forma de informações e procedimentos apenas de fazer com que o aluno absorva conhecimentos. Para uma educação pretendida se faz necessário a participação efetiva de todos (comunidade, alunos e professores) identificando os propósitos e diferentes necessidades, promovendo assim um aprendizado geral. Para isso a comunidade torna-se imprescindível, pois é através da mesma que a escola conhece seus problemas e usa seus conhecimentos e recursos humanos para diagnosticá-los e encaminhá-los.

Notou-se também que a instituição possui calendário de planejamento (quadro 1 e 2-questão 3) e que as reuniões ocorrem mensalmente aos sábados e que acontecem separadamente (Química, Física, Biologia e Matemática), contrariando assim os novos parâmetros curriculares. O que é expresso no

*[...] Cada disciplina ou área de saber abrange um conjunto de conhecimentos que não se restringem a tópicos disciplinares ou a competências gerais ou habilidades, mas constituem-se em sínteses de ambas as intenções formativas. Ao se apresentarem dessa forma, esses temas estruturadores do ensino disciplinar e seu aprendizado não mais se restringem, de fato, ao que tradicionalmente se atribui como responsabilidade de uma única disciplina. Incorporam metas educacionais comuns às várias disciplinas da área e das demais e, também por isso, tais modificações de conteúdo implicam modificações em procedimentos e métodos, que já sinalizam na direção de uma nova atitude da escola e do professor. (BRASIL, 2002, p.13).<sup>7</sup>*

É de suma importância o engajamento entre professores, pois o aprendizado não fica restrito. Vale salientar que na escola analisada, as reuniões ocorrem separadamente por opção dos próprios professores que acham mais fácil a realização das atividades, podendo assim analisar que os mesmos apreciam pouco os PCNs+, deixando assim de usar uma ferramenta que existe para contribuir no desenvolvimento do ensino-aprendizagem.

#### **Área de Ciências Exatas da Natureza e**

#### **Matemática**

*Seqüenciando as discussões, referiu-se a algumas disciplinas que fazem parte do PIBID, (Química, Física, Biologia e Matemática) investigou se as mesmas são planejadas a partir do PPP da escola (quadro 4, questão 3), houve algumas contradições por parte dos entrevistados, alguns falaram que não tinham ciência exata dos planejamentos feitos pelos docentes, outro disse que “sim” e outro falou que os planejamentos devem ser feitos a partir do projeto pedagógico da escola e sempre orientado a isso. Analisando-se assim uma desarticulação entre gestores e professores, se o planejamento dos docentes não é feito a partir do PPP, como que o mesmo vai funcionar? “A nova escola de Ensino Médio não há de ser mais um prédio, mas um projeto de realização humana, recíproca e dinâmica, de alunos e professores ativos e comprometidos, em que o aprendizado esteja próximo das questões reais, apresentadas pela vida comunitária ou pelas circunstâncias econômicas, sociais e ambientais. Mais do que tudo, quando fundada numa prática mais solidária, essa nova escola estará atenta às perspectivas de vida de seus partícipes, ao desenvolvimento de suas competências gerais, de suas habilidades pessoais, de suas preferências culturais” (PCN’s+, 2002, p. 11).<sup>8</sup>*

Continuando as discussões se mencionou a relação dos recursos didáticos, financeiros e humanos disponíveis na escola, a fim de desenvolver o processo de ensino aprendizagem (quadro 5, questão 8), os gestores responderam que os docentes estão satisfeitos com os recursos disponíveis na escola, onde exemplificaram: sala de vídeo, data shows, retroprojetores, etc., fornecendo assim alternativas tecnológicas ao processo de ensino-aprendizagem. Em relação aos recursos humanos, viram-se reclamações, pois não existem técnicos para orientar quanto à utilização de alguns equipamentos tecnológicos. Também foram possíveis de observar durante as atividades realizadas, que a escola utiliza novas tecnologias, demonstrando assim a importância de se aliar as novas metodologias, principalmente a informatização, pois nota-se que a mesma é uma realidade em desenvolvimento permanente. Alguns pensadores como YAGER (1991) diz que as apresentações multissensoriais aceleram e aumentam a compreensão, pois atingem a

natureza da construção de inteligência do indivíduo que necessita de incitação diversa para obter um patamar superior de concentração e produtividade intelectual.<sup>9-10</sup>

Em seguida o *mediador* da entrevista semi-estruturada salientou a questão dos recursos que a escola (quadro 5, questão 9) oferece para melhorar o processo de ensino-aprendizagem e, perguntou “mesmo com todos os materiais citados anteriormente, o que os docentes reivindicam em relação às condições de ensino?”, Os gestores não especificaram essa questão, porém um relatou que os mesmos não chegam e discutem o que poderia ser melhor, porém expressaram suas opiniões quanto a isso. Também referiram à questão de os docentes buscarem novas metodologias, citaram o ponto de que os mesmos estão cansados “[...] *deveria ter uma melhoria no ensino do professor, os professores deveriam mudar sua maneira de dar aula, mais eles não pensam nisso*”. Diz um gestor.

Analysaram-se também os problemas sentidos pelos docentes em relação às dificuldades de aprendizagem dos alunos (quadro 5, questão 10), segundo relatos dos gestores, os professores reclamam a falta de interesse dos discentes. A escola, juntamente com o corpo docente, busca juntos selecionar os problemas existentes. Durante a entrevista, um gestor citou um projeto no qual está desenvolvendo para facilitar o trabalho dos professores, alguns professores buscam solucionar, mas tem muito que fazer, a escola tem que procurar saber “*informações dos filhos*”, diz um gestor. Nesse sentido a gestora desenvolve um projeto que possibilita conhecer o aluno, alegando que muitas vezes aquele aluno disperso em sala passa por algum problema familiar e a escola juntamente com a família podem ajudá-lo a superar e, conseqüentemente, o engajar nas tarefas escolares.

### **Docentes**

A escola entende também, que o professor precisa se adaptar a novas realidades e para isso tem que superar vários desafios (tabela 3, questão 1) onde o maior é que o mesmo motive o aluno para que ele se interesse na busca de soluções para problemas, principalmente quando trata-se de Ensino de Ciências, o professor de Química por exemplo, necessita de implementar uma perspectiva dialógica, ou seja,

pelo o compartilhar de significados, por trocas, interagir com o aluno, fazendo com que haja uma aproximação maior entre professor e alunos, alunos e alunos. Nessa perspectiva:

[...] *A construção do conhecimento em sala de aula depende essencialmente de um processo no qual os significados e a linguagem do professor vão sendo apropriados pelos alunos na construção de um conhecimento compartilhado* (MORTIMER E MACHADO, 1997, P. 140-141).<sup>11</sup>

A Problematização é a forma de resgatar o conhecimento que os alunos trazem sobre um aspecto real e de traçar novas necessidades de concepção que temos dele. Além disso, citaram-se a questão da formação continuada, questionando se os docentes das disciplinas citadas acima a buscam, obtendo-se como apreciação positiva que sim, porém os entrevistados não souberam identificar exatamente as áreas. Citaram alguns dos poucos programas da escola: GESTAR, ProInfo e PIBID; e criticaram as políticas públicas por contribuírem pouco para que os docentes se reciclem, vale salientar também que os docentes desta instituição tiveram uma formação diferenciada dos dias atuais, nota-se que há cada momento as grades curriculares buscam uma melhoria, porém a literatura tem apontado várias críticas em relação a formação de docentes devido a separação entre conhecimentos científicos e conhecimentos profissionais docentes, conhecimento acadêmico e realidade escolar, disciplinas específicas da área e disciplinas pedagógicas (SHÖN, 2000; NÓVOA, 1992; MARCELO, 1999; TARDIF, 2002).<sup>12-13-14-15</sup> Especialmente a falta relação ou até mesmo na dificuldade de aplicar os conteúdos científicos à prática profissional.

Vale salientar a importância de cada um buscar sua formação, pois a escola para um licenciado é o espaço de desenvolvimento profissional. Segundo NÓVOA (2002:9), “Formar é Formar-se”. Faz-se necessário a ampliação focalizada na

formação e agrupar outras informações necessárias ao atendimento da aprendizagem profissional da docência, porém é importante que o professor não desvalorize os conhecimentos e habilidades que o mesmo possui.

Nesse sentido a aprendizagem da docência implica no desenvolvimento de competências, *“como o de fazer face ao imprevisto, ao inédito, aquilo que ainda não é conhecido; que é o que caracteriza a prática pedagógica”*. (PERRENOUD, 1993) “Avançando sobre essa perspectiva, em um texto mais recente, (NÓVOA, 2008) onde um programa de formação deve-se apoiar sobre desenvolvimento de três pontos (competências) importantes: **saber relacionar-se e relacionar-se, saber organizar e organizar-se, saber analisar e analisar-se**”.

16-17-18

Em relação ao primeiro aspecto, NOVOA diz que a sociedade não presta a devida atenção às formas e organização do trabalho. Pensa-se no docente a “título individual”, nos seus saberes, porém raras às vezes tem-se interrogado sobre a “competência coletiva” que é mais do que “competências individuais”, isto é, originar espaços de aprendizagem “inter-pares”, de inscrever os princípios coletivos na cultura profissional de professores.

As competências **saber organizar e organizar-se**, relacionam-se a necessidade de repensar no trabalho profissional e escolar, ou seja, mudanças que geram uma nova atitude, especialmente na “definição de práticas e dispositivos de avaliação no interior e exterior das escolas e da profissão docente”.

A terceira competência é a do **saber analisar e analisar-se**, refere-se ao conhecimento profissional, para NÓVOA, “ele tem uma dimensão teórica, mas não é teórico; tem uma dimensão prática, mas não é prático; tem uma dimensão experiencial, mas não é produto de uma única experiência”. Acrescenta ainda que “há um consenso sobre a importância desse conhecimento, mas uma enorme dificuldade na sua formalização e conceituação”, ou seja, depende muito da reflexão prática de cada um, a superação do individualismo, apto a desenvolver mudanças.

## **Programas de Ensino**

Nessa etapa, as perguntas foram direcionadas aos docentes, participantes e não participantes do PIBID. No primeiro item (quadro 6 questão 1), sobre como eram feitas a seleção dos conteúdos a serem ministrados, as respostas obtidas foram que todos os professores usam livro didático, cerca de quatro professores selecionam os conteúdos de acordo com o ENEM e vestibulares, usam também outros livros como complemento e entre todos os docentes entrevistados apenas dois tem como base os PCN's. Não se pode esquecer a importância que são os PCN's para os professores, pois os mesmos objetivam não apenas oferecer receitas, mas ajudar na construção de um currículo que possa servir de apoio na tarefa de desenvolver competências, com a intenção de proporcionar estímulo para a dedicação aos estudos e debates das práticas pedagógicas. A partir do momento que o professor não usa essa ferramenta como base para desenvolver suas atividades, ele vai ficar para trás juntamente com os resultados negativos da educação brasileira. Pois os Parâmetros Curriculares Nacionais vieram atender a uma reconhecida necessidade de atualização na educação, impulsionando uma democratização social e cultural mais efetiva e para responder a desafios impostos por processos globais, que exclui da vida econômica, trabalhadores não-qualificados, pois o sistema de serviço e produção a cada instante torna-se mais exigente.

Os docentes participantes do PIBID afirmaram que com o programa, estes passaram a estudar mais o PPP da escola, valorizar os PCN's e estão otimistas na melhoria da educação na escola, e o mais importante, é que os mesmos estão dispostos a rever suas metodologias, a encontrar contextos de aprendizagem que os ajudem na procura de metas de aperfeiçoamento pessoal e profissional.

Seqüenciando falou-se em relação às avaliações (quadro 6 questão 2) como as mesmas eram realizadas. Todos os discentes entrevistados fazem atividades contínuas através de seminários, listas de questões, trabalhos de pesquisas em grupos e individuais. Os mesmos também realizam atividades periódicas e finais. No ano de 2010 houve uma mudança nas disciplinas e as avaliações passaram a serem realizadas semestralmente, porém todos os

professores optaram por continuar a cada dois meses realizar as mesmas, justificam que é muito conteúdo para uma única avaliação. Vale salientar a importância das avaliações, pois as mesmas têm a finalidade de orientação da aprendizagem, a autonomia dos aprendizes em relação às próprias e a verificação das competências.

Muitos textos trazem a importância das avaliações, bem como sugestões para sua transformação prática, de modo que como instrumento educacional seja inclusivo, formativo e pedagógico. Concordando com ZABALDA (1998) e bem na direção no que afirmou PAULO FREIRE (1996 p.26), de que “não há docência sem discência”, diferenciando assim dois sujeitos que devem ser avaliados: O professor que ensina e o aluno que aprende. Sendo assim “diretamente proporcional”, onde o desempenho do aluno pode e deve ser relacionado ao desempenho do professor, sem falar em outros fatores que influenciam no resultado da aprendizagem.<sup>19-20</sup>

“A avaliação educacional é parte essencial do método educativo que se não estivesse engajada nele seria sem sentido. Por isso nenhuma escola ou nenhum curso pode deixar de tê-la mesmo que seja indesejável a sua existência para maioria dos alunos e de professores”, em concordância com o observado por ESTEBAN (2001, p. 9).<sup>21</sup>

O centro possui projetos interdisciplinares (quadro 6, questão 3) que foram desenvolvidos ao longo do ano e para o segundo semestre a escola irá trabalhar com um projeto chamado “Gincana Cultural” que envolve todas as disciplinas. É de suma importância a participação dos alunos nas atividades escolares, nos trabalhos de pesquisa, pois a mesma contribui para o desenvolvimento da ciência, no avanço tecnológico e no progresso individual do sujeito, objetivando a geração de novos conhecimentos ou refutação dos antigos, constituindo-se num processo de aprendizagem do indivíduo e da sociedade na qual se desenvolve.

Observou-se também que o centro possui laboratório, (quadro 6, questão 4) porém existe apenas um que é destinado para o ensino de Química, Física e Biologia, onde ainda faltam materiais para que se possa

trabalhar. Vale salientar a importância da diversificação das aulas ministradas principalmente de aulas práticas, “É notório a dificuldade de estudantes do Ensino Médio no que concerne a capacidade de abstrair o não concreto, o microscópio. Portanto, uma das metas identificadas como prioritária no ensino das ciências se refere à urgência em aproximar teoria e prática com o intuito de facilitar a assimilação de conteúdos e procedimentos fundamentais da ciência” (POZO, 2006 – p. 162/8).<sup>22</sup>

Por conseguinte, pode-se dizer que aulas somente ou majoritariamente expositivas atingem baixo nível de eficiência quanto de resultados, onde as mesmas não conseguem prender a atenção do aluno, provocando assim uma distração e no final, falta de aproveitamento da aula.

Os docentes mencionaram a precariedade de livros de todas as áreas na biblioteca, dizendo que os livros existentes na mesma (quadro 6, questão 5) são apenas os que já são adotados pela escola e os outros são ultrapassados. Salientou a importância de se abrir “novos horizontes” para o conhecimento, e que o aluno necessita de leituras complementares para o seu desenvolvimento educacional.

## CONSIDERAÇÕES FINAIS

De forma geral torna-se imprescindível o conhecimento sobre uma escola. Assim, é caracterizando e analisando os problemas existentes nela que se pode conseguir a superação dos mesmos, fazendo uma auto-análise, reconhecendo assim a necessidade de melhorar, pois se faz necessário refletir criticamente sobre a prática educativa para que se possa alcançar uma adequada educação humana, social e profissional para todos os envolvidos.

Através dessa pesquisa podem-se alcançar os objetivos desejados, conhecendo as características da escola, a sua rotina escolar, aos programas curriculares, identificando as principais dificuldades sentidas pela sua gestão e seus professores. Foi possível identificar alguns pontos positivos (existência do calendário de planejamento, conselho escolar, PPP, recursos tecnológicos, laboratórios de

ciências e outros), porém é muito importante que tudo isso funcione, não adiantando uma escola possuir calendário de planejamento ou conselho escolar se os mesmos não estão ativos, pois de acordo com os PCNs'+ o planejamento é crucial e a participação da comunidade junto à direção escolar contribui no "desenvolvimento de novos projetos pedagógicos e novas práticas educacionais, nas quais leituras, investigações, discussões e projetos realizados por alunos superam ou complementam a didática da transmissão e a pedagogia do discurso". A falta de planejamento e engajamento entre professores, gestores, alunos e comunidade resulta em PPP voltado para outra realidade, esse é o caso da escola pesquisada, que de acordo com as respostas obtidas durante a entrevista o Projeto Político Pedagógico foi reformulado há pouco tempo e ainda assim não é aplicado por completo, concordando com as Orientações Curriculares para o Ensino Médio de que "o Projeto Pedagógico escolar adequado não é avaliado pelo número de exercícios propostos e resolvidos, mas pela qualidade das situações propostas, em que os estudantes e os professores, em interação, terão de produzir conhecimentos contextualizados" e para isso todo corpo escolar e comunidade são fundamentais de modo a promover a transformação educacional desejada.

Outro fator são os recursos tecnológicos que a instituição oferece, a escola investigada dispõe de data-shows, sala de vídeo, computadores que contribuem como alternativas tecnológicas diversas para uso no ensino-aprendizagem dos alunos. Porém segundo os entrevistados os docentes não usam esses recursos por não terem tempo para planejar e principalmente no caso de aulas práticas (laboratoriais) não há interesse por parte dos docentes no que diz respeito à utilização desses recursos, em concordância com POZO, (2006) "de que aulas somente ou majoritariamente expositivas atingem baixo nível de eficiência quanto de resultados, onde as mesmas não conseguem prender a atenção do aluno, provocando assim uma distração e no final falta de aproveitamento da aula", ainda nesse mesmo raciocínio "Enfatiza-se, mais uma vez, que a simples transmissão de

informações não é suficiente para que os alunos elaborem suas idéias de forma significativa. É imprescindível que o processo de ensino-aprendizagem decorra de atividades que contribuam para que o aluno possa construir e utilizar o conhecimento" (BRASIL, 2002, P.93), porém somente a experimentação não assegura a produção de conhecimentos químicos (teoria e conceitos), mas cumpre um papel fundamental, "ajudando no desenvolvimento de novas consciências e de forma mais plenas de vida na sociedade e no ambiente".

Dessa forma é importante que o corpo escolar (professores e gestores) faça uma auto-análise e verifique onde se encontram as principais falhas para em seguida buscar solucionar os problemas existentes e a escola estudada mostrou-se interessada, pois contribuiu muito com essa pesquisa reconhecendo assim que precisa melhorar o ensino oferecido pela mesma.

#### **AGRADECIMENTOS:**

Agradeço primeiramente a Deus e toda a minha família.

O presente trabalho foi realizado com apoio do Programa Institucional de Bolsa de Iniciação à Docência – PIBID, da CAPES - Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil. Agradeço também ao grupo interdisciplinar: Adriano Cavalcante Da Silva, Maisie Mitchele Barbosa, Tayryne Alanna V. Oliveira, Rubson Gomes M. Ramos, as coordenadoras: Graciana Ferreira Alves Dias, Maria do Socorro Aragão Paim e o aluno Pedro Arthur Pinheiro Rosa Duarte mestrando em Gerência de Redes de Computadores pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul-UFRS.

#### **REFERÊNCIAS:**

10. Disponível em: <http://www.capes.gov.br/educacao-basica/capespibid>. Consultado no dia 02 de dezembro de 2010.
11. Edital CAPES/DEB nº 02/2009 – PIBID na página [www.capes.gov.br](http://www.capes.gov.br) acessado dia 05 de dezembro de 2010.

12. Disponível em:  
<http://www.educ.fc.ul.pt/docentes/ichagas/mi1/entrevistat2.pdf>. Consultado no dia 30 de novembro de 2010.
13. TRIVIÑOS, A. N. S. **Introdução à pesquisa em ciências sociais: a pesquisa qualitativa em educação**. São Paulo: Atlas, 1987.
14. \_\_\_\_\_. Ministério da Educação (MEC), Secretaria de Educação Média e Tecnológica (Semtec). **Parâmetros Curriculares Nacionais para o Ensino Médio**. Brasília: MEC/Semtec, 1999.
15. BRASIL. **Secretaria de Educação Básica. Orientações Educacionais complementares aos Parâmetros Curriculares Nacionais**: Brasília/MEC, 2002.
16. \_\_\_\_\_. Ministério da Educação (MEC), Secretaria de Educação Média e Tecnológica (Semtec). **Orientações Educacionais complementares aos Parâmetros Curriculares Nacionais**. Brasília: MEC/Semtec, 2002.
17. \_\_\_\_\_. Ministério da Educação (MEC), Secretaria de Educação Média e Tecnológica (Semtec). **Orientações Educacionais complementares aos Parâmetros Curriculares Nacionais**. Brasília: MEC/Semtec, 2002.
18. YAGER, Tom, 1991, p.153-160. Apud. NEGREIRO, C. A., RIBEIRO, M. L. M., NUNES, A. O. **Linguagem e Ensino: Relações de Ciência e Sociedade na Educação Tecnológica**, 2008, p. 161.
19. NUNES, A. O., NEGREIRO, C. A., RIBEIRO, M. L. M., , **Linguagem e Ensino: Relações de Ciência e Sociedade na Educação Tecnológica**. 1º Ed, V.1, Ipanguaçu: IFRN, 2008.
20. MORTIMER, E.F. e MACHADO, A H. *anais do Encontro sobre Teoria e Pesquisa em Ensino de Ciências: linguagem, cultura e cognição*. Belo Horizonte, 1997.
21. SCHÖN, D. A. **Educando o profissional reflexivo**. Porto Alegre, Editora, 2000.
22. NÓVOA, A. Formação de professores e profissão docente. In: NÓVOA, A (org). **Os professores e a sua formação**. Lisboa: Publicações Dom Quixote, 1992.
23. MARCELO, C. G. **Formação de Professores: para uma mudança educativa**. Barcelona: Porto Editora, 1999.
24. TARDIF, M. Saberes docentes e formação profissional. Petrópolis, Editora Vozes, 2002.
25. LELIS, Isabel. **Convergências e Tensões das Pesquisas Sobre Aprendizagem da Docência**. PUC-Rio.
26. NOVOA, A. **Os Professores e o “novo” espaço público da educação**, 2008.
27. PERRENOUD, P. **Práticas Pedagógicas, Profissão Docente e Formação**. Lisboa: Publicação Dom Quixote, 1993.
28. ZABALDA, A. **A prática educativa: como ensinar**. Porto Alegre: Artmed, 1988.
29. FREIRE, P. **Pedagogia da autonomia: saberes necessários à prática educativa**. São Paulo: Paz e Terra, 1996.
30. ESTEBAN. M, T. **Uma Prática em Busca de Novos Sentidos**. Rio de Janeiro: DP & A, 2001.
31. POZO, J. I., Crespo, M. A.: **Aprender y enseñar ciencia**, 5ª Ed., Madrid: Ediciones Morata, S. L., 2006 – p. 195/8.

<b>Quadro 4 - Área de Ciências Exatas da Natureza e Matemática</b>
<b>RESPOSTAS</b>
3. Todos os gestores falaram que as mesmas precisam ser planejadas a partir do PPP da escola, porém não sabem informar exatamente se os docentes o fazem.
6. Todos os gestores entrevistados responderam que as mesmas são coletivas e envolvem somente docentes da mesma disciplina.
8. Escola possui TV escola, laboratórios (Química, Física, Biologia e Informática), biblioteca, data-show, notebook e retroprojektor.

**Quadro 4.** Área de Ciências Exatas da Natureza e Matemática. Essa figura extrapolou as medidas da coluna, por isso encontra-se no fim do artigo.

<b>Quadro 5 – Docente</b>
<b>RESPOSTAS</b>
9. Relacionada às condições de ensino. Os entrevistados citaram poucas reivindicações, as principais foram relacionadas às novas tecnologias (serviço de som melhor) e pede que a escola ofereça formação continuada aos professores.
10. Em relação à aprendizagem dos alunos. Os principais problemas citados pelos entrevistados em relação à falta de interesse dos próprios alunos.
11. Os entrevistados não especificaram as sugestões dos docentes, mais explanaram que os mesmos sempre sugerem alternativas para juntos tentar resolver os problemas, buscando o apoio pedagógico.

**Quadro 5.** Docente

<b>Quadro 6 - Dados dos Programas de Ensino (Professor)</b>
<b>RESPOSTAS</b>
Dos seis professores entrevistados, um não utiliza o livro didático, três não aproveita os temas estruturadores dos PCN's+ - Orientações Educacionais Complementares aos Parâmetros Curriculares Nacionais - e dois docentes priorizam os assuntos que mais são cobrados no vestibular.
Todos os entrevistados fazem atividades contínuas (seminários, trabalhos, participação e exercícios) e trabalham semestralmente com avaliações.
Os docentes citaram alguns projetos que já aconteceram ("soletrando", café literário, vida de Pelé e outros), onde envolve apenas algumas disciplinas e para o segundo semestre tem a Gincana (Semana Cultural) que é interdisciplinar.
A escola possui, de acordo com os mesmos, apenas um laboratório que serve para o ensino de Química, Física e Biologia. Restando assim Matemática que não possui. Averiguo-se a questão do funcionamento dos mesmos: Os docentes falaram que não usavam com muita frequência, em vista da falta de materiais.

**Quadro 6.** Dados dos Programas de Ensino.



## AVALIAÇÃO ANTIOXIDANTE DO SUCO DE CAJU (*Anacardium occidentale* Linn) EM *Saccharomyces cerevisiae* ANTES E APÓS SECAGEM POR ASPERSÃO (SPRAY DRYING)



### EVALUATION OF ANTIOXIDANT JUICE CASHEW (*Anacardium occidentale* Linn) IN *Saccharomyces cerevisiae* BEFORE AND AFTER DRYING SPRAY

GOMES, Débora Cássia Vieira<sup>1</sup>; COSTA, Dayane Alves<sup>1</sup>; ARAÚJO, Everton José Ferreira de<sup>1</sup>; BATISTA, Paula do Nascimento<sup>1</sup>; ROCHA, Márcio dos Santos<sup>1</sup>; CAVALCANTE, Ana Amélia de Carvalho Melo<sup>1</sup>; NUNES, Lívio Cesar Cunha<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup> Programa de Pós-Graduação em Ciências Farmacêuticas da Universidade Federal do Piauí - UFPI / Núcleo de Tecnologia Farmacêutica – NTF. Campus Universitário Ministro Petrônio Portela, s/n Ininga CEP 64049-550, Teresina - PI, Brasil. (fone: +55 86 3215 5574)

\* Autor correspondente  
e-mail: liviocesar@ufpi.com.br

Received 25 March 2013; accepted 29 March 2013

## RESUMO

Compostos classificados como antioxidantes atuam inibindo ou diminuindo os efeitos provocados pelos radicais livres. Vários métodos têm sido desenvolvidos para obter-se uma avaliação, seja qualitativa ou quantitativa, da capacidade antioxidante de inúmeros compostos, tanto através de testes químicos ou utilizando testes biológicos. Neste contexto, o presente trabalho objetivou avaliar a estabilidade do potencial antioxidante do suco e do material seco de caju (*Anacardium occidentale* Linn) antes e após a técnica de spray-drying em leveduras *Saccharomyces cerevisiae* proficientes e deficientes em defesas antioxidantes. O suco de *A. occidentale* L reduziu a inibição do crescimento em todas as linhagens testadas, demonstrando seu potencial antioxidante. Dentre todas as quatro linhagens da levedura, as variantes SOD2Δ e SOD WT apresentaram maiores percentuais de redução da inibição do crescimento antes e após a secagem. Já nas mutantes SOD1Δ/SOD2Δ e SOD1Δ a substância testada apresentou baixa atividade antioxidante. O suco do pseudofruto de *A. occidentale* L demonstrou potencial antioxidante, através do aumento da sobrevivência de leveduras, verificado pela diminuição do dano causado pelo peróxido de hidrogênio, antes e após a secagem por aspersão, o que mostra que a técnica de spray drying não alterou o potencial antioxidante do material analisado.

**Palavras-chave:** Caju, extrato seco, estabilidade, atomização

## ABSTRACT

Compounds classified as antioxidants act by inhibiting or reducing the effects caused by free radicals. Several methods have been developed to obtain an evaluation, it is qualitative or quantitative, the antioxidant capacity of various compounds, both by chemical tests or by using biological tests. In this context, this study aimed to evaluate the stability of the antioxidant potential of the juice and the dry material of cashew (*Anacardium occidentale* Linn) before and after spray-drying technique in yeast *Saccharomyces cerevisiae* proficient and deficient in antioxidant defenses. The juice of *A. occidentale* L reduced the growth inhibition in all strains of tested, demonstrating its antioxidant potential. Among all four strains of yeast, the variants SOD2Δ WT and SOD showed higher percentages of reduction in growth inhibition before and after drying. Since the mutants SOD1Δ/SOD2Δ and SOD1Δ the substance tested had low antioxidant activity. The juice of pseudofruit of *A. occidentale* L showed antioxidant potential by increasing the survival of yeast, verified in the reduction of damage caused by hydrogen peroxide, before and after spray drying, which shows that the technique of spray drying did not alter the antioxidant potential of the material analyzed.

**Keywords:** Cashew, dry extract, stability, atomization

## INTRODUÇÃO

*Anacardium occidentale* Linn (Família Anacardiaceae) é uma planta típica da região Nordeste do Brasil e cada vez mais o seu cultivo adquire importância socioeconômica. Botanicamente, o fruto verdadeiro do cajueiro é a castanha, uma amêndoa envolvida por uma casca dura; enquanto que o pedúnculo, pseudofruto ou maçã é conhecido como caju e apresenta estrutura semelhante a uma fruta, fibrosa e succulenta (LUBI e THACHIL, 2000).

O Caju possui considerável importância econômica, pois seus componentes têm numerosos usos comerciais. A sua castanha é de alto valor nutritivo, com cerca de 40 - 57% de óleo e 21% de proteínas. O cultivo do caju é uma das principais atividades agrônômicas no Nordeste brasileiro, sendo que quase toda a produção está concentrada nos estados do Ceará, Piauí e Rio Grande do Norte. A castanha de caju e pedúnculo são utilizados na alimentação humana. O Brasil lidera a produção da maçã do caju, detendo 95% da produção mundial. A composição do pedúnculo é muito complexa, apresentando vitaminas, taninos, sais minerais, ácidos orgânicos e carboidratos, o que o torna um alimento importante (FETUGA *et al.*, 1975).

Compostos classificados como antioxidantes atuam inibindo ou diminuindo os efeitos provocados pelos radicais livres. Vários métodos têm sido desenvolvidos para obter-se uma avaliação, seja qualitativa ou quantitativa, da capacidade antioxidante de inúmeros compostos, tanto através de testes químicos ou utilizando testes biológicos. Os testes químicos são bem mais rápidos e simples de serem executados. Entretanto, não possuem tanta correlação com as condições celulares do homem. Os ensaios microbianos 'in vivo' utilizando-se, especialmente, células eucarióticas de uma levedura conhecida como *Saccharomyces cerevisiae*, têm se mostrado muito inclinado na capacidade de avaliar a atividade antioxidante de diferentes compostos, fornecendo resultados rápidos, reprodutíveis e passíveis de serem correlacionados ao observado no homem (SOARES; ANDREAZZA; SALVADOR, 2005).

Por definição, spray-drying é o processo de transformação de soluções ou suspensões em partículas secas, formadas a partir da

atomização de soluções ou suspensões em um meio aquecido. É um processo que ocorre de forma contínua, abrangendo as etapas de (1) alimentação da solução ou suspensão no atomizador, (2) atomização, (3) mistura do spray com o ar de secagem, (4) evaporação do solvente, (5) separação do produto seco (OAKLEY, 1997).

Dentre as aplicações principais da secagem por aspersão, pode-se citar, na categoria de alimentos, a produção de leite em pó, café chá, ovos, cereal e condimentos. Na categoria farmacêutica, a produção de antibióticos, aditivos e ingredientes médicos, assim como o micro encapsulamento. Na categoria industrial, pode-se mencionar os pigmentos de tinta, materiais cerâmicos e suportes de catalisadores (DA SILVA, 2007).

Os antioxidantes naturais presentes em frutas e vegetais tornaram-se o objeto de maior interesse nos últimos anos. Tal importância é baseada em estudos farmacológicos, que demonstram a associação entre o consumo de produtos naturais e mais baixo risco de doenças (SINGH *et al.*, 2008). Uma série de estudos têm relatado compostos fenólicos que têm excelente atividade antioxidante, atuando como doadores de hidrogênio, agentes redutores e varredores de radicais (RICE-EVANS, MILLER, & PAGANGA, 1996). A inibição da acumulação de radicais livres é importante para reduzir o risco de doenças crônicas como doenças cardiovasculares e câncer (CAILLET *et al.*, 2007; HWANG, YOON, E KANG, 2009).

Neste contexto, o presente trabalho objetivou avaliar a estabilidade do potencial antioxidante do suco e do material seco de *A. occidentale* após a técnica de spray-drying em leveduras *Sacharomyces cerevisiae* proficientes e deficientes em defesas antioxidantes.

## MATERIAL E MÉTODOS

### 2.1 Obtenção do suco

O suco de *A. occidentale* L. foi obtido a partir do pseudofruto da planta. O pseudofruto foi macerado para o processo de extração do suco, que foi utilizado em forma diluída em água

destilada (1:10). Em seguida, o suco de caju foi filtrado em papel filtro.

## 2.2 Resíduo seco

Pesou-se 2 g do suco de caju em três diluições diferentes (1:10, 1:20, 1:30) em placas de Petri (06) previamente taradas, medindo, aproximadamente, 50 mm em diâmetro e 30 mm de altura. Evaporou o suco em banho-maria e deixou em estufa a 100 - 105 °C, por 3 horas. Deixou-se esfriar em dessecador, sobre pentóxido de fósforo e pesou-se as placas. O resíduo seco foi calculado em porcentagem sobre a massa.

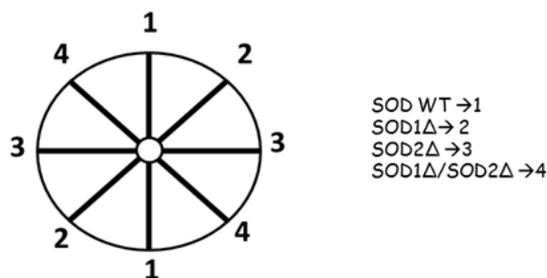
## 2.3 Técnica do Spray drying

Primeiramente, verificou-se a válvula de saída do material (onde deve estar acoplado o recipiente para coleta do material). Após esta etapa, ligou-se o aparelho, acionando os botões relativos ao ventilador, ao compressor e à bomba e ajustou-se a temperatura de operação para um valor entre 170 e 190°C, bem como se acionam as três resistências, sendo a terceira uma resistência termostática que tem como função manter a temperatura próxima do valor previamente ajustado. Para regulagem da pressão de atomização, fez uso de uma válvula posicionada na lateral do equipamento, ajustando-se a pressão desejada. Estando o equipamento operando adequadamente, deslocou-se a chave presente na bomba de mangas para a direita, de modo que ocorra fluxo ascendente da solução a ser processada, regulando-a para uma velocidade adequada de processamento. Como adjuvante, utilizou-se 12,9g de Aerosil®200 (Dióxido de Silício Coloidal) em 2000mL de suco de caju. O processo durou cerca de 3 horas e o rendimento foi de 21,5g.

## 2.4 Avaliação Antioxidante

Para os ensaios de análise da atividade antioxidante, foram utilizadas linhagens proficientes e deficientes em sistema de defesa antioxidante (SOD WT, SOD1Δ, SOD2Δ, SOD1Δ/SOD2Δ). A linhagem Sod1 é defectiva no

sistema enzimático que envolve a enzima superóxido dismutase citoplasmática (CuZnSOD), enquanto a SOD2 o é na SOD mitocondrial (MnSOD); SOD1Δ/SOD2Δ é o duplo mutante, defectivo tanto na Sod mitocondrial como na citoplasmática e SOD WT corresponde à linhagem selvagem, portanto proficiente nestas enzimas. Células em fase estacionária obtidas após a inoculação de uma colônia isolada em meio líquido YEL à temperatura de 30°C por 24 horas, sem agitação. Para a avaliação do potencial antioxidante, as linhagens foram estriadas em placa de YEPD contendo no centro um disco de papel filtro previamente estéreo em UV. Foram preparadas três placas, sendo que na placa 1 foi adicionado 100μL do suco de caju, na placa 2, adicionou-se 5μL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 10M, que correspondeu ao controle positivo e na placa 3 adicionou-se 100μL do suco do caju e 5μL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 10M para o co-tratamento. A numeração das placas foi feita da seguinte forma: 1- corresponde a SOD WT; 2- corresponde à SOD1Δ; 3- SOD2Δ; 4- SOD1Δ/SOD2Δ (**FIGURA 1**). As placas foram incubadas por 48hs em estufa a 30°C. Após esse período, mediu-se o halo de inibição do crescimento, sendo estes resultados tabelados e analisados e interpretados.



**Figura 1.** Disposição das linhagens nas placas utilizadas.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO:

Os antioxidantes atuam como defensores contra os radicais livres (RL) e espécies reativas de oxigênio (ERO). A produção destas espécies reativas é observada em diversas condições fisiológicas e desempenham papel fundamental no metabolismo. O estresse oxidativo resulta do desequilíbrio entre as espécies oxidativas e a

defesa antioxidante, sendo o sistema oxidante predominante e responsável pelo estresse oxidativo (GUARIENTI; BERTOLIN; COSTA, 2010).

É bastante complicada a avaliação da capacidade antioxidante utilizando animais de laboratório e geralmente necessita de um grande número de animais para assegurar resultados estatisticamente significativos. Já nos ensaios realizados com microorganismos são muito mais fáceis, de rápida realização e podem utilizar um grande número de células com as mesmas características genéticas. Devido a essas características, a levedura *Saccharomyces cerevisiae*, um dos melhores modelos biológicos, são utilizadas para estudos de estresse oxidativo. Extensas razões tornam a levedura *S. cerevisiae* um exemplo de sistema eucariótico unicelular para estudos de estresse oxidativo. Trata-se de um organismo provido de núcleo e de organelas, onde o seu metabolismo é bastante semelhante ao de eucariotos superiores, com mecanismos próprios de ativação metabólica (citocromo P450) e de detoxificação, que não estão presentes em bactérias (SOARES; ANDREAZZA; SALVADOR, 2005).

Os resultados do resíduo seco encontrados em cada diluição estão apresentados no Quadro 1. Para o cálculo da quantidade de aerossil utilizado na técnica do spray drying utilizou-se a diluição 1:10, na qual tirou-se a média aritmética e obtendo um resultado de 12,9g para 30% do aerossil.

Para o estudo utilizou-se diferentes linhagens de *S. cerevisiae*, que incluem: SOD1, SOD2, SOD1 $\Delta$ /2 $\Delta$  (deficientes), SOD WT (proficiente) e, através do método de disco central observou-se a formação dos halos de inibição formados ao redor do disco.

A Tabela 1 mostra o resultado da inibição do crescimento medido em milímetros do suco de caju antes da realização da técnica de spray drying. Pode-se observar que na placa que utilizou-se no disco central apenas o suco de caju, não houve inibição do crescimento leveduriforme, mostrando que o caju não possui atividade oxidante. Na placa onde colocou-se apenas o agente estressor H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> no disco central, houve inibição significativa do crescimento em todas as linhagens, comprovando que o H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> age provocando um

estresse oxidativo evidente. Na placa que foi colocado no disco central o suco de caju e o peróxido de hidrogênio, houve uma redução na inibição do crescimento mais evidente nas linhagens SOD WT e SOD 2 mutada, mostrando potencial antioxidante do suco para ambas as linhagens.

A **Tabela 2** mostra que as placas contendo o suco de caju seco por aspersão apresentaram resultados similares à avaliação antioxidante antes da técnica de secagem, apresentando maior potencial antioxidante para as mesmas linhagens anteriores, SOD WT e SOD 2 mutada.

O suco de *A. occidentale* L reduziu a inibição do crescimento em todas as linhagens de *S. cerevisiae* testadas, demonstrando seu potencial antioxidante, como apresentado nas Tabelas 1 e 2. Dentre todas as quatro linhagens da levedura, as variantes SOD2 $\Delta$  e SOD WT apresentaram maiores percentuais de redução da inibição do crescimento antes e após a secagem. Já nas mutantes SOD1 $\Delta$ /SOD2 $\Delta$  e SOD1 $\Delta$  a substância testada apresentou baixa atividade antioxidante.

Para proteger o organismo das ERO, as células possuem enzimas de caráter antioxidante, tais como: Glutathione peroxidase (GPx), Catalase (CAT) e a Superóxido dismutase (SOD). A *Saccharomyces cerevisiae*, assim como muitos outros organismos eucariotos, possui CuZnSOD, um produto do gene SOD1, oriundo do citosol, núcleo e lisossomos. A MnSOD, que é um produto do gene SOD2, é natural da matriz mitocondrial (MARTINS; MANFREDINI; BENFATO, 2005).

A levedura *Saccharomyces cerevisiae* possui diversos mecanismos de defesa contra danos oxidativos ao DNA, dentre eles se encontram as enzimas superóxido dismutase, catalase e peroxidase além do próprio o reparo do DNA no mecanismo de replicação (LIMA; VIEIRA; COSTA JUNIOR, 2007). A enzima superóxido dismutase é a principal protetora celular frente a radicais livres, quando multada, como no caso da das linhagens utilizadas, expõe a células a danos no material genético.

As Figuras 2 e 3 mostram fotomicrografias do crescimento das leveduras nas três placas e em todas as linhagens estudadas antes e após a técnica de secagem

por aspersão.

De acordo com Bilinski (apud GASPARRI, 2005) “as linhagens mutantes *sod1Δ*, que são deficientes nesta enzima, mostram problemas no crescimento em condições aeróbias, se apresentam muito sensíveis em situações de hiperóxia”. As mutantes *sod2Δ*, possuem deficiência nesta enzima, são hipersensíveis a presença de oxigênio e crescem mal ou não crescem de forma alguma em fontes de carbono não fermentáveis (GASPARRI, 2005). A mais severamente afetadas, são as das linhagens *sod1Δ/ sod2Δ*, deficientes em ambas as enzimas, que exibem peculiarmente todas as características das mutantes *sod1Δ* e *sod2Δ* (MARTINS; MANFREDINI; BENFATO, 2005).

O processo do Spray drying envolve basicamente cinco etapas: concentração, onde a matéria-prima normalmente é concentrada antes da introdução no aparelho; atomização; contato do líquido atomizado com gás quente; remoção da umidade e separação do produto final. O sistema tem a vantagem de poder ser projetado para qualquer volume de alimentação, empregando uma operação contínua, de fácil controle e aplicável tanto para substâncias termoestáveis como termolábeis. A partir disso, podem-se estabelecer parâmetros críticos de manuseio tais como a temperatura de admissão e de saída do ar, bem como do líquido utilizado, teor de sólidos, viscosidade, volatilidade, tensão superficial e até mesmo a resistência à abrasão e corrosão do material dos bicos de sucção (CHEGINI E GHOBADIAN, 2007). O ar dentro da câmara mantém um padrão de fluxo impedindo a deposição do produto seco na parede do atomizador, logo tanto o movimento do ar como a temperatura de entrada do ar influenciam o produto final. Entretanto o suco de algumas frutas tem propriedades naturais higroscópicas e termoplásticas o que consiste em um problema no manuseio do pó obtido por Spray drying, havendo a necessidade da utilização de um agente de secagem que pode ser amido, gomas naturais, maltodextrina ou sacarina, por exemplo, impedindo a coesão das partículas no interior do equipamento (VIVIANE *et al.*, 2005).

O processo de secagem por aspersão possui diversas vantagens, como a seleção adequada do equipamento com base nas características pretendidas para o produto final; o

controle da uniformidade e do tamanho das partículas do produto pela manipulação das variáveis do processo; o fato de ser um processo contínuo, podendo ser alteradas condições de operação sem a necessidade de interrupção; rapidez e rendimento, pois a evaporação ocorre em frações de segundos, em virtude da formação de inúmeras gotículas que proporcionam uma grande área superficial para trocas térmicas e transferência de massa; as partículas resultantes apresentam forma esférica uniforme e uma rápida dissolução, devido à grande área específica e o custo do processo são baixos (BAHANDARI *et al.* 1993).

As principais desvantagens deste processo de secagem são: o equipamento apresenta grandes dimensões, necessitando de instalações físicas adequadas; o custo inicial é alto, pois necessita de investimento em instalações e a limpeza dos equipamentos é onerosa, devido à utilização de grandes quantidades de fluidos de limpeza, como principalmente a água. Porém, o valor do produto final pode justificar o ônus inicial (BAHANDARI *et al.* 1993).

A facilidade e a rapidez na obtenção de culturas permitem sua manipulação em laboratório, para a realização dos mais diversos experimentos, podendo ser realizado um grande número de repetições, tornando essa levedura uma excelente fonte para estudos de estresse oxidativo (SOARES; ANDREAZZA; SALVADOR, 2005).

Sob o ponto de vista genético e metabólico, a levedura *Saccharomyces cerevisiae*, é um dos organismos mais categóricos à serem utilizados em testes biológicos, podendo ser realizada a avaliação da capacidade pela medida da sobrevivência de células tratadas com o antioxidante e agentes estressores (GUARIENTI; BERTOLIN; COSTA, 2010).

## CONCLUSÕES:

O suco do pseudofruto de *A. occidentale* L demonstrou potencial antioxidante, através do aumento da sobrevivência de leveduras, verificado pela diminuição do dano causado pelo peróxido de hidrogênio, antes e após a secagem por aspersão, o que mostra que a técnica de

spray drying não alterou o potencial antioxidante do material analisado.

Sugere-se a realização de outros estudos sobre o concentrado de *A. occidentale* L a fim de definir qual substância possui tal atividade antioxidante, para que este possa ser utilizado para fins terapêuticos.

## REFERÊNCIAS:

1. Bahandari, B.R., A. Senoussi, E.D. Dumoulin And A. Albert. *Drying Technol*, **1993**, 11: 1081-1092.
2. Caillet, S., Yu, H., Lessard, S., Lamoureux, G., Ajdukovic, D., & Lacroix, M. *Food Chemistry*, **2007**, 100, 542–552.
3. Chegini, G.R., Ghobadian, B. *World Journal of Agricultural Sciences*, **2007**, 3 (2): 230-236.
4. Da Silva F.A.; Tese de doutorado, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Brasil, 2007.
5. Fetuga, B. L., Babatunde, G. M., Ekenyong, T. B., & Oyenuga, V. A. (1975). **The feeding stuff potential of cashew nut scraps kernel meal**. In Proceedings of the conference of animal feed of tropical and sub-tropical origin (pp. 201–207). London: Tropical Products Institute.
6. Gasparri, S.; Dissertação de Mestrado, Universidade Luterana do Brasil, Brasil, 2005.
7. GUARIENTI, C., BERTOLIN, T. E., COSTA, J. A. V. *Rev. Inst. Adolfo Lutz*. São Paulo, **2010**, v.69, n.1, p. 106-111.
8. Hwang, E. S., Yoon, G., & Kang, H. T. *Cellular and Molecular Life Sciences*, **2009**, 66, 2503–2524.
9. Lima, M. M. O.; Vieira, L. F.; Costa Júnior, J. S.. **Avaliação da atividade antioxidante de *Platonia insignis* Mart. (Clusiaceae)**. 6 p. Disponível em: <[http://www.redenet.edu.br/publicacoes/arquivos/2008\\_0922\\_085347\\_AGRO008.pdf](http://www.redenet.edu.br/publicacoes/arquivos/2008_0922_085347_AGRO008.pdf)>. Acesso em: 07 Janeiro 2012.
10. Lubi, M. C.; Thachil, E.T.. *Designed Monomers and Polymers*, **2000**, v. 3, p. 123-153.
11. Martins, V., Manfredini, V., Benfato, M. S. *Journal of Microbiology*. Porto Alegre, **2005**, v. 36, n. 1, p. 347-351.
12. Oakley, D.E. *Chemical engineering progress*, **1997**, p. 48-54.
13. Rice-Evans, C. A.; Miller, N. J.; Paganga, G. Free Radical Biology and Medicine, **1996**, v. 20, p. 933–956,
14. Singh, M; Arseneault, M.; Sanderson, T. *et al. J. Agric Food Chem.*, **2008**, vol 56, n.13, 4885-4873.
15. Soares, D. G.; Andrezza, A. C.; Salvador, M.. *Rev. Bras. Cienc. Farm.*, **2005**, vol.41, n.1, p. 96.
16. Soares, D. G.; Andrezza, A. C.; Salvador, M.. *Rev. Bras. Cienc. Farm.*, **2005**, vol.41, n.1, p. 96.
17. Viviane, S. Birchal, M. Laura Passos, Gloria, R.S. Wildhagen and A.S. Mujumdar. *Drying Technol.*, **2005**, 23: 611-637

**Quadro 1.** Resultados encontrados na metodologia do resíduo seco.

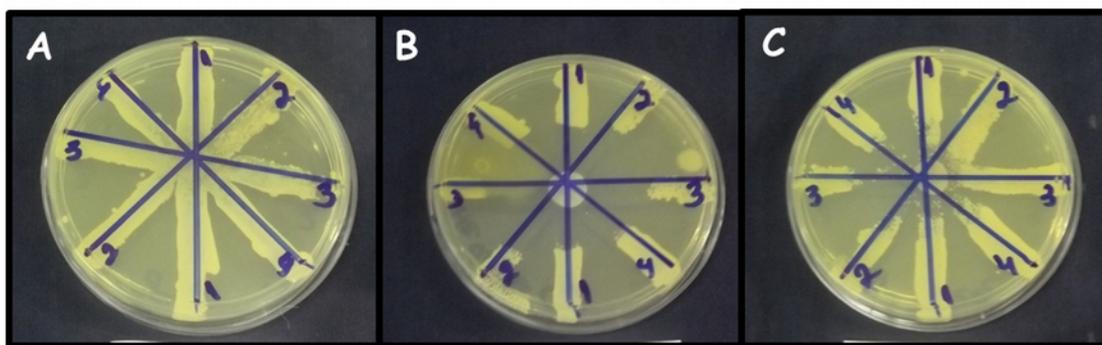
Placa	Diluição	Peso da Placa (g)	Peso pós estufa (g)	Resíduo Seco (g)
1	1:10	52,117	52,161	0,044
2	1:10	46,251	46,293	0,042
3	1:20	34,337	34,355	0,018
4	1:20	31,955	31,974	0,019
5	1:30	27,515	27,527	0,012
6	1:30	30,718	30,733	0,015

**Tabela 1:** Inibição do crescimento em milímetros do suco de caju antes da técnica de spray drying

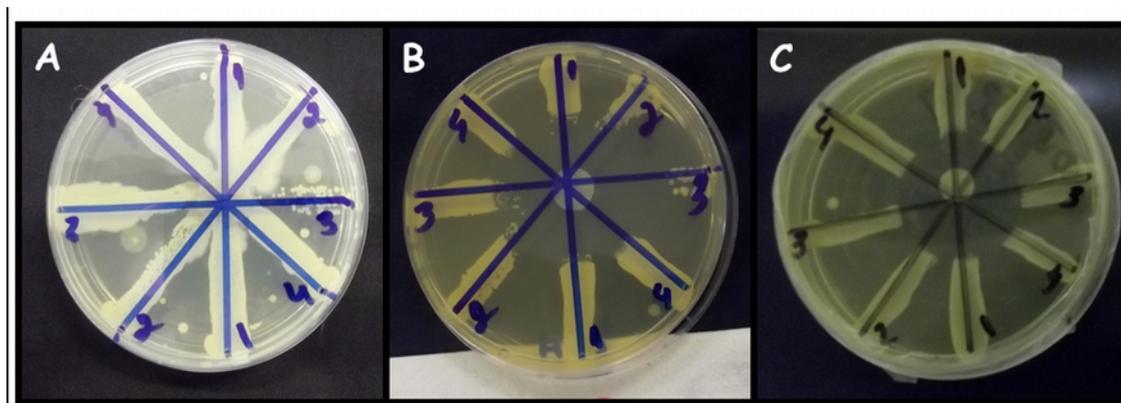
	SOD WT	SOD 1Δ	SOD 2Δ	SOD 1Δ /SOD2Δ
<b>Caju</b>	0 mm	0 mm	0 mm	0 mm
<b>Caju + H2O2</b>	10 mm	10 mm	11,5 mm	15 mm
<b>H2O2</b>	14,5 mm	10,5 mm	18,5 mm	15,5 mm

**Tabela 2:** Inibição do crescimento em milímetros do suco do caju após a técnica de spray drying

	SOD WT	SOD 1Δ	SOD 2Δ	SOD 1Δ /SOD2Δ
<b>Caju</b>	0 mm	0 mm	0 mm	0 mm
<b>Caju + H2O2</b>	13 mm	10,5 mm	12,5 mm	13 mm
<b>H2O2</b>	15 mm	11 mm	16 mm	14 mm



**Figura 2.** Resultados da avaliação antioxidante antes da técnica de spray drying. A- Suco de caju; B- Peróxido de Hidrogênio; C – Suco + peróxido.



**Figura 3.** Resultados da avaliação antioxidante após a técnica de spray drying. A- Suco de caju; B- Peróxido de Hidrogênio; C – Suco + peróxido.



## FABRICAÇÃO E TESTE DO NÍVEL INTERMEDIÁRIO DE FILTROS DE DESFLUORIZAÇÃO BASEADOS EM ALUMINA ATIVADA

## FABRICATION AND TESTING OF INTERMEDIATE LEVEL ACTIVATED ALUMINA BASED DEFLUORIDATION FILTERS



AGRAWAL, R<sup>1</sup>; MARGANDAN, K<sup>1</sup>; SINGH, K<sup>1</sup>; ACHARYA, R<sup>2</sup>; SHARMA, S<sup>1</sup>; QANUNGO, K<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup>Department of Applied Science & Humanities,  
Faculty of Engineering & Technology,  
Mody Institute of Science & Technology (Deemed University),  
Lakshmangarh-332311, Dist. Sikar, Rajasthan, India

<sup>2</sup>Dept. of Science and Technology, Govt. of Rajasthan,  
506, 4<sup>th</sup> Floor Mini Secretariat  
Bani-Park, Jaipur, Rajasthan, India

\* *Autor correspondente*

*e-mail: kushalq@rediffmail.com*

Received 28 March 2013; accepted 3 April 2013

### RESUMO

Dois filtros de desfluorização de alta capacidade e alta taxa com 10 e 25kg de alumina ativada foram fabricados e testados com água de poço local contaminada com flúor. Diversos parâmetros de qualidade da água como pH, TDS, F<sup>-</sup>, Cl<sup>-</sup>, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, dureza de Ca<sup>2+</sup> e Mg<sup>2+</sup> e dureza total foram monitorados através do processo de filtração e foi detectado que esses valores estão dentro dos padrões permitidos. A performance do filtro foi avaliada através da determinação do volume de água padrão (<1.5 ppm), capacidade de adsorção de flúor, taxa de vazão, tempo de contato, capacidade de água do filtro, tempo antes da primeira regeneração e custo do filtro. Baseado em uma discussão detalhada frente a esses parâmetros, o filtro com 10kg de alumina foi considerado melhor se comparado ao de 25kg.

**Palavras-chave:** *Activated Alumina, Defluoridation, Fluoride, Water Filter*

### ABSTRACT

Two high capacity, high flow rate defluoridation filters with 10 and 25kg Activated Alumina have been fabricated and tested with local fluoride contaminated ground water. Various water quality parameters like pH, TDS, F<sup>-</sup>, Cl<sup>-</sup>, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, Ca<sup>2+</sup> Hardness, Mg<sup>2+</sup> Hardness, Total Hardness have been monitored throughout the filtration process and it has been found that these values are within the permissible limits. The filter performance has been evaluated by determining the volume of safe water (<1.5 ppm), fluoride uptake capacity, flow rate, empty bed contact time, water capacity of filter, time before first regeneration, capital and recurring cost of filter. On basis of detailed discussion on these parameters the filter with 10 kg AA is considered to be a better filter as compared to the one with 25 kg AA.

**Keywords:** *Activated Alumina, Defluoridation, Fluoride, Water Filter*

## INTRODUCTION

In many parts of the world high concentration of fluoride occurs naturally in ground water and causes wide spread fluorosis, a disease which mainly affects the bones and teeth<sup>1-6</sup>. About 95% of fluoride ingested the body is deposited in hard tissues like bones and teeth weakening their structure and making them brittle<sup>7,8</sup>. Other problems which arise due to the excessive intake of fluoride are low hemoglobin levels, excessive thirst, headache, skin rashes, nervousness, depression, gastrointestinal problems, urinary tract malfunctioning, low IQ, weakening of muscle<sup>1,4</sup>. In India, excess fluoride is present in ground water in many states for example in parts of Andhra Pradesh, Rajasthan etc<sup>9-11</sup>. There are several methods of defluoridation like Precipitation Method, Nalgonda Technique, Adsorption, Ion Exchange Mechanisms etc<sup>12</sup>. Excess of fluoride in ground water have been treated using Activated alumina (AA) based defluoridation filters earlier<sup>13-21</sup>. As a part of Department of Science and Technology, Government of India sponsored project to design, develop and test, low cost defluoridation filters for rural use, we have recently studied the kinetics of fluoride removal from local ground water using AA<sup>22</sup> and described the fabrication and testing of four small domestic fluoride level filter fitted with single or double ceramic cartridge with different quantities of AA (2.5, 3, 3.5 kg) and one or two ceramic cartridges<sup>24,25</sup>. We found that the flow rate of defluoridated water from these filters was less, (2 lit./hr.) and the filter needs to be refilled 3-4 times at least, per day to obtain approximately 20 liter of water to meet the water needs of an average household. The AA needs to be replaced or regenerated every 2-4 months. In continuation the above study we have fabricated AA based fluoride filters with high flow rates and high capacity and was tested them in the lab using fluoride contaminated ground water from a nearby village (Bhooma Chota), and in this paper we present the results of our study.

## EXPERIMENTAL

Four holes of 1 cm diameter were made at the bottom of a 51 liter HDPE water storage container. Four similar holes of 1 cm diameter were made on top lid of a 50 liter HDPE drum so that both the set of holes were centro-symmetric.

Four ceramic cartridges were fitted on the base of the top container with their outlets protruding through the holes into bottom container (fig. 1 and 2). 10 kg and 25 kg water washed activated alumina (DF-101, M/s Siddhartha Industries, Surat, and Gujarat, India) was poured from the top.

A tap was fitted 2 cm above the base of the bottom of drum. Fluoride contaminated ground water from the village Bhooma Chota (middle tubewell) was brought by water tankers and stored in 1000 and

500 liters drums in the lab. The water was pumped into the upper container every day. Periodically various water quality parameters were analysed as follows: Water from the outlet tap was analysed for fluoride using a Fluoride Ion Selective Electrode (Orion Thermo Scientific, USA) and TISAB III buffer. Calcium and Magnesium hardness using EDTA method, Carbonate and Bicarbonate by titrating with standardised H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, and Chloride by titrating with silver nitrate. Sodium and Potassium were analysed by Flame Photo Meter. Duly calibrated electronic pH and TDS meter were used for determining pH and TDS of untreated and treated water.

## RESULTS AND DISCUSSION

We were unable to use the same water container for both the upper and the lower chamber because of the two reasons. Firstly we found that four ceramic cartridges could not be fitted at the base of available 50 liter drum, therefore it could not be used as the top container. Secondly the 51 liter water container used had coagulated cover which could not support the weight of water filled container (approx. 53kg). Therefore the present arrangement of two different water containers has been used. In the beginning of our experiments we filled 10 kg activated alumina in the lower chamber after covering the inlet of the tap with layer of nylon cloth having 0.16 mm mesh size. We however found after one week the particles of AA choked the nylon cloth and flow of water stopped from the filter. Therefore we transferred the AA from the bottom drum to the upper container. Hence in the second filter we filled 25 kg AA in the upper container from the beginning

of the experiment itself (Fig 3).

The costs of the various components of the filter are given in Table 1. We found that the maximum component of cost is that of AA Rs. 1160/- for 10 kg and Rs. 2900/- for 25kg. The diameter of the top container was 41 cm at the top and base 32 cm at the base. The cask shaped bottom container was 30.5cm at the top and 29.5 cm at the base in diameter.

The filter can be fabricated easily by an unskilled labor with only few drilling of holes and tightening of wing nuts of the ceramic cartridge is required. The water capacity of the filter was found to be 40 liter for 10 kg and 16 liter for 25 kg AA. The bed volume of 10 kg AA is 13.5 lit. and 25 kg AA is 33.78 lit. Average elution rate of defluoridated water from the filter was 20.6 lit./hr. for 10 kg and 9.3 lit/hr for 25 kg (Figure 4 and 5). This difference is partly due to the less water capacity of the filter filled with more quantity of AA and more resistance to the flow of water by AA in the 25 kg AA filter than with 10 kg AA. (Empty Bed Contact Time) EBCT for 10 kg AA filter is 39.35 min. and 56.3 min. for 25 kg AA) Table 2.

If the 10 kg filter is filled once a day it produces sufficient water for two days (assuming water can supply of 20 liter/day for a family of four people). For 25 kg AA filter needs to refill at least twice a day for two days to produce 64 liter of drinking water which is sufficient to meet drinking water requirements for three days. The fluoride concentration in treated water was monitored every 50 liters and depicted in (Fig 6 and 7). The volume of safe water yield (< 1.5 ppm) of the filter with 10 kg is 3300 liters and 3900 liters for 25 kg AA. Specific safe water yield is 330 mg F-/kg for 10 kg, 156 mg F-/kg AA for 25 kg AA. The Fluoride Uptake capacity of AA for AA in the filter with 10 kg AA is 722.7 and 396.24 for filter with 25 kg AA.

The higher volume of safe water in 25 kg filter than 10 kg filter can be explained in the larger amount of AA. This safe water volume is not, as expected 2.5 times, that that of 25 kg filter. The lower specific safe water yield and hence lower fluoride uptake capacity in the filter with 25 kg AA is ascribed to several reasons discussed as follows: a) lower than expected volume of safe water from the 25 kg AA filter than the 10 kg AA filter, b) the average bicarbonate concentration and the average TDS in raw ground water was 300 ppm and 100 ppm higher,

when the 25 kg AA filter was being tested, as compared to the raw water with which 10 kg AA filter was tested.

The overall low FUC of AA in both the filters is due to a) their relatively high flow rates (20.6 and 9.3 liter/hours) as compared with single cartridge flow rate was 1.7lit./h and double candle filter flow rate was 3 lit. /h<sup>23, 24</sup> a) it is known that AA absorbs fluoride optimally at pH 5<sup>21, 25, 26, 27</sup> the average pH of ground water being used for testing the filter was 9, and it is known that the fluoride adsorption capacity of the filter falls drastically after pH 8-8.5<sup>27,29,30</sup> c) very high concentration of bicarbonates in the raw water is also known to reduce the fluoride adsorption<sup>21, 28</sup>.

AA surface has an amphoteric character. Removal of fluoride by AA is mainly due to ion-exchange and can be described by following equations



Al represent solid alumina surface<sup>30</sup>.

Notice that the fluoride removal from the ground water is nearly constant till 3000 lit. in the 25 kg AA while for the 10 kg AA filter the fluoride level fluctuates (Fig 6 and 7). Also notice the presence of four ceramic cartridges in the filter and occupying 270 cm<sup>2</sup> each of surface area protruding upwards from the base of the filter (Fig 2). Therefore the raw water comes into contact with AA to different extents before coming in contact with the surface of the ceramic cartridges. In the filter with 25 kg AA, the bed volume of AA is 2.5 times more than with 10 kg AA and the defluoridation is more uniform. Assuming a water usage of 20 lit. per day if used at domestic level, the 10 kg filter can be operated for 5 months 15 days and 25 kg filter can be operated for 6 months 15 days before it needs to be regenerated.

If the filter is shared at community level for example, between 5 households then the 10 kg AA filter can be operated for one month three days and 25 kgAA filter for one month and nine days. Considering the higher average flow rate of 10 kg AA filter and higher fluoride uptake capacity and specific safe water yield cost per liter of

defluoridated water, the 10 kg filter is better than 25 kg AA filter

We now discuss the other water quality parameters monitored in the raw and filtered water during the defluoridation process. The maximum permissible limit of pH according to BIS standard is 6.5 to 8.5<sup>31</sup>. The average pH of raw water is 9.03, 9.18 while for average treated water pH is 9.1, 9.01 for 10 and 25 kg (fig. 8). The average carbonate of raw water is 171.6 and 122.4 ppm and average treated water carbonate is 194 and 135 ppm for 10 kg and 25 kg (fig 9). The average bicarbonate of raw water is 1349.7, 1662.8 ppm and the average bicarbonate of treated water is 1075.6 and 1278.9 ppm (fig. 10). (The max. permissible limit for total alkalinity is 600 ppm (fig.11)<sup>31</sup>

For chloride, the permissible limit is 1000 ppm<sup>31</sup>. The average chloride of raw water is 644.2, 533.45 ppm and average chloride of treated water is 709.85 and 490.50 ppm for 10 and 25 kg (fig. 12). For calcium the maximum permissible limit is 200 ppm<sup>31</sup>. The average calcium of raw water is 9.6 and 10.8 ppm and average calcium of treated water is 7.4 and 7.1 ppm for 10 and 25 kg (fig. 13).

For magnesium, the maximum permissible limit is 100 ppm<sup>31</sup>. The average magnesium of raw water is 18.1 and 22 ppm and the average magnesium of treated water is 13.9 and 5.1 ppm (fig. 14). The maximum permissible limit of TDS according to BIS standard is 2000 ppm in absence of any alternative source of water<sup>31</sup>. The TDS measured (indirectly based on conductivity) of raw water. The average TDS value is 1420 and 1532 ppm and in treated water average value is 1513.3 and 1613.3 ppm (fig. 15). The high concentration of various dissolved salts is reflected in the high TDS value of raw water. Na<sup>+</sup> concentration in raw water it was found to be 270.6 and 375.6 ppm and for treated water 348 and 309.14 ppm, K<sup>+</sup> concentration in both raw and treated water varied from 13.7 and 11.8 ppm (fig. 16 and 17).

## CONCLUSION

To conclude we have investigated the filter performance of the AA based filters filled with 10 and 25 kg AA. It was found that the filter with 10

kg AA was better, as it needed to be filled only once daily to be able to meet the water demands of a family. Also its initial capital cost was 60% lower than that with 25 kg AA. However, in terms of recurring costs of one liter water (if AA is discarded after single use) the filter with 25 kg AA is cheaper to operate by 15 % as compared to the filter with 10 kg AA. The higher efficiency of the AA in the filter with 10 kg AA reflected in its fluoride uptake capacity which was found to be double than that of 25 kg AA. With a high flow rate of 20 lit. /h, the filter with 10 kg AA is suitable for installation at a common place so that 5-6 household living close together can take benefit of the filter.

## ACKNOWLEDGEMENT

Financial help from DST, Govt. of India in the Science for Equity Empowerment and Development Program, Grant No. SP/RD/013/2008 is acknowledged. The authors thank the MITS for providing facilities and support.

## REFERENCES

1. K. Bailey, J. Chilton, E. Dahi, M. Lennon, P. Jackson and J. Fawell, Fluoride in Drinking Water, World Health Organisation, IWA Publishing, London (2006). <[http://apps.who.int/iris/bitstream/10665/43514/1/9241563192\\_eng.pdf](http://apps.who.int/iris/bitstream/10665/43514/1/9241563192_eng.pdf)> (date accessed 20th December, 2012)
2. S. Ayoob and A.K. Gupta, Fluoride in Drinking Water: A Review on the Status and Stress Effects, Critical Reviews in Environmental Science and Technology, 36, 6 (2006), 433-487.
3. A.K Shusheela, Treatise on Fluorosis: 3rd Revised Edition, Publishd by Fluorosis Research & Rural Development Foundation, Delhi (2007).
4. K.S. Kothari, Fluorosis Affecting Health/Teeth of Children and People in Rural Rajasthan, <http://www.journalistkothari.com/DEFAULT.htm> (date accessed 23rd Sept. 2012).

5. Meenakshi, R.C.Maheshwari, Fluoride in Drinking Water and its Removal, *Journal of Hazardous Materials*, 137, 1 (2006) 456–463.
6. S. K. Sharma, Toxicity of Fluoride in Parts of Indian Subsurface Water, *Environment and Ground Water Pollution* (2002). <<http://www.bvsde.paho.org/bvsacd/cd27/sharmask.pdf>>.
7. S. P. S Teotia, M. Teotia and K.P. Singh, Highlights of Forty Years of Research on Endemic Skeletal Fluorosis in India, 4th International Workshop on Fluorosis Prevention and Defluoridation of Water, Colombo, Sri Lanka, 2-6th March, (2004) Edited by: Eli Dahi.
8. Y. Si and B. Zhang, Epidemiology Study of Dental Fluorosis in China, 4th International Workshop on Fluorosis Prevention and Defluoridation of Water, Colombo, Sri Lanka, 2-6th March, (2004) Edited by: Eli Dahi.
9. A.K.Susheela, Fluorosis Management Programme in India, *Current Science*, 77, 10 (1999) 1250-1256.
10. A.K.Lahiry, Fluorspar Deposits of India, 42, 4 (1974). <[http://www.new.dli.ernet.in/rawdataupload/upload/insa/INSA\\_1/2000\\_5bae\\_263.pdf](http://www.new.dli.ernet.in/rawdataupload/upload/insa/INSA_1/2000_5bae_263.pdf)> (date accessed 2nd March 2013).
11. P.Singh, B.Rani, U.Singh, R.Maheshwari, Fluoride Contamination in Groundwater of Rajasthan and its Mitigation Strategies, *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Science*, 6, 6, (2011) 1-12.
12. P. Eswar and C.G. Devaraj, Water defluoridation: Field Studied in India, 03, 02 (2011). <<http://www.nacd.in/ijda/volume-03-issue-02/120-water-defluoridation-field-studies-in-india>>. (date accessed 2nd March 2013).
13. C. Venkobachar, L. Iyengar and A.K Mudgal, Household Defluoridation of Drinking Water Using Activated Alumina, *Proceedings of the 2nd International Workshop on Fluorosis Prevention and Defluoridation of Water, Nazreth, Ethiopia, 19-25th Nov. (1997)*, Edited by E. Dahi, and J. M. Nielsen, 138-145.
14. A.K.Vaish and P.Vaish, A Case Study of Fluorosis Mitigation in Duangarpur District, Rajasthan, 3rd International Workshop on Fluorosis Prevention and Defluoridation of Water, Chiang Mai, Thailand, 24th Nov. (2000) 97-104.
15. G. Karthikeyan, S. Meenakshi and B.V Apparao, Defluoridation Properties of Activated Alumina, 2nd International Workshop on Fluorosis Prevention and Defluoridation of Water, Nazreth, Ethiopia, 19-25th Nov. (1997) Edited by Eli Dahi & Joan Maj Nielsen, 78-82.
16. L. Iyenger, Defluoridation of Water Using Activated Alumina Technology: Studies at IIT Kanpur, A Report for UNICEF, New Delhi 2005.
17. Design of Filter for Fluoride and Bacteria Removal. <<http://www.inrem.in/fluorosis/pdf/Filter.pdf>> (date accessed 20th December, 2012).
18. Draft Specifications for Domestic Defluoridation Filter Unit and Activated Alumina for Defluoridation, UNICEF (2004).
19. M. Srimurali and G.Karthikeyan, Defluoridation of Water and Household Application- A Study, *Proceeding of the Twelfth International Water Technology Conference, Alexandria, Egypt (2008)* 153-163.
20. M. Srimurali and G.Karthikeyan, Defluoridation of Water and Household Application- A Study, *Proceeding of the Twelfth International Water Technology Conference, Alexandria, Egypt (2008)* 153-163.
21. N.V. Dzung, H.H. Phong, N.N. Long, N.T. Qang and P. Waldemor, Domestic Defluoridation of Water Using Locally Produced Activated Alumina, *Proceeding of the 4th International Workshop on Fluorosis Prevention and Defluoridation of Water Colombo, Sri Lanka, 2-6th March (2004)*, Edited by: Eli Dahi.
22. V.S. Chauhan, P.K. Dwivedi, L. Iyengar, Investigation on Activated Alumina Based Domestic Defluoridation Units, *Journal of Hazardous Materials*, B139, 2007, 103-107.

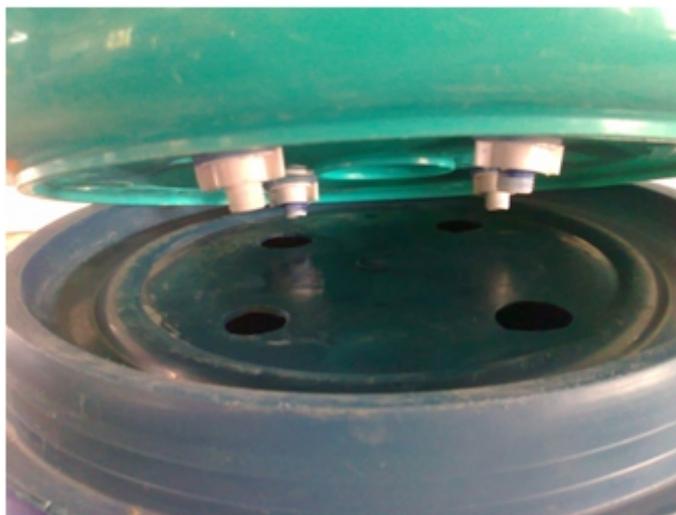
23. R. Agrawal, K. Margandan, M.K. Mishra, K. Singh, R. Acharya, S. Sharma, K. Qanungo, Fluoride Removal Using Activated Alumina—A Case Study of Bhooma Chhota Water, (communicated).
24. R. Agrawal, K. Margandan, M.K. Mishra, K. Singh, R. Acharya, S. Sharma, K. Qanungo, Fabrication and Testing of a Low Cost Activated Alumina Based Domestic Defluoridation Unit Using a Ceramic Cartridge, (communicated).
25. R. Agrawal, K. Margandan, M.K. Mishra, K. Singh, R. Acharya, S. Sharma, K. Qanungo, Improvement of User Friendliness of a Simple Domestic Defluoridation Unit Using Activated Alumina, (communicated).
26. W.G. Nawlakhe, K.R. Bulusu, Defluoridation of Water by Batch Operation, Indian Journal of Environmental Health 30, 3 (1988) 262-299.
27. Y.C.Wu, A. Nitya, Water Defluoridation by Activated Alumina, Journal of Environmental Engineering Division, 105, 2 (1979) 357-367.
28. S.George, P.Pandit, A.B.Gupta, Residual Aluminium in Water Defluoridated Using Activated Alumina- Modeling and Simulation Studies, Water Research, 44, 10 (2010) 3055-3064.
29. O. Hao and C. Huang, Adsorption Characteristics of Fluoride onto Hydrous Alumina, Journal of Environmental Engineering, 112, 6, 1986, 1054–1069.
30. P.L.Bishop and G.Sanaoucy, Fluoride Removal From Drinking Water by Fluidized Activated Alumina Adsorption, Journal American Water Works Association, 70, 10 (1978) 554-559.
31. S.Ghorai, K.K. Pant, Investigations on the Column Performance of Fluoride adsorption by Activated Alumina in a Fixed- Bed, Chemical Engineering Journal 98 (2004) 165-173.
32. a) Indian Standards for Drinking Water, ISO 10500  
<<http://hppcb.gov.in/eiasorang/spec.pdf>>
- b) Indian Standards for Drinking Water, ISO 10500 (1992) <<http://hppcb.gov.in/eiasorang/spec.pdf>> (date accessed 20th December, 2012)

**Table 1. Cost of Components of 51 liter Intermediate Filter with Ceramic Cartridge**

<b>Filter Parameters</b>	<b>10 kg AA Four candle filter</b>	<b>25 kg AA Four candle filter</b>
Activated Alumina @ Rs.116/\$ 2.10 /kg	Rs. 1160/\$ 21.09	Rs. 2900/\$ 52.72
Drum @ Rs. 200/\$ 3.63	Rs. 200/\$ 3.63	Rs. 200/\$ 3.63
Big Bucket @ Rs. 265/\$ 4.81	Rs. 265./\$ 4.81	Rs. 265/\$ 4.81
Ceramic Cartridge @ Rs. 280/\$ 5.09	Rs. 1120/\$ 20.36	Rs. 1120/\$ 20.36
Outlet valve @ Rs./\$ 0.545	Rs. 30 /\$ 0.545	Rs. 30/\$ 0.545
<b>Total Cost Rs./\$)</b>	<b>Rs. 2775 /\$ 50.454</b>	<b>Rs. 4515/\$ 82.09</b>

**Table 2. Characteristics of filters with different quantities of activated alumina**

<b>AA (kg)</b>	<b>10</b>	<b>25</b>
Capacity (lit.)	40	16
Depth of A.A covering ceramic cartridge	7.4 cm	27.6 cm
Depth of A.A in upper chamber	16.7 cm	36.5 cm
Bed Vol. (lit)	13.5	33.78
EBCT (min)	39.35	56.3
Diameter of upper chamber	40.6/32 cm	41/32 cm
Time (min)for emptying of the filter (brimful)	116 min	103 min
Liters per hour	20.6 lit/h	10 lit/h
FUC (mg/kg)	722.7	396.24
No. of refills required per day water	1/2	2
Vol. of safe water (lit.) (1 <sup>st</sup> Cycle) @2.4 ppm F	3300	3900
No. of filter refills of safe water	82.5	243.75
Time before 1 <sup>st</sup> regeneration	5 months 15 days	4 months 10 days
Capital Filter Cost (Rs./\$)	2775/50.454	4515/82.09
Cost of defluoridated water per liter (for 1 <sup>st</sup> cycle) in Rs/\$ (Consider capital cost of the filter)	0.84/0.015	1.15/0.0209
Recurring cost of 1 liter water (if AA is discarded after Single use in paisa/\$)	35.15/0.0063	29.74/0.0054



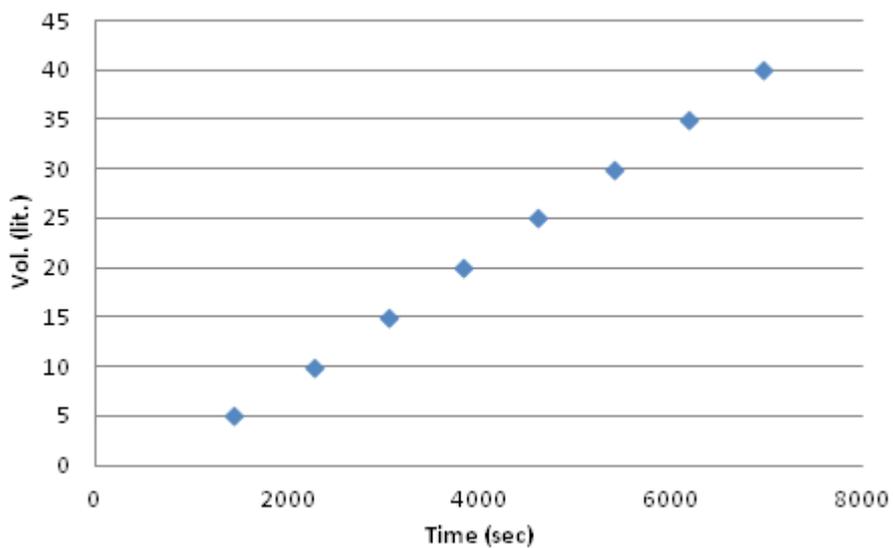
**Figure 1.** Photograph of Middle Portion of the Filter



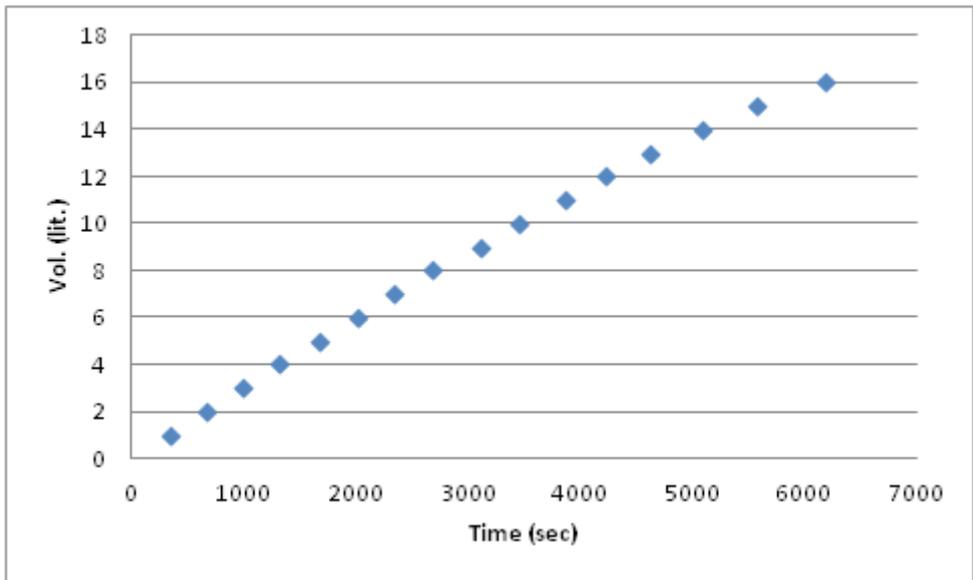
**Figura 2.** Photograph of the inside of the filter with four ceramic cartridges (without the AA)



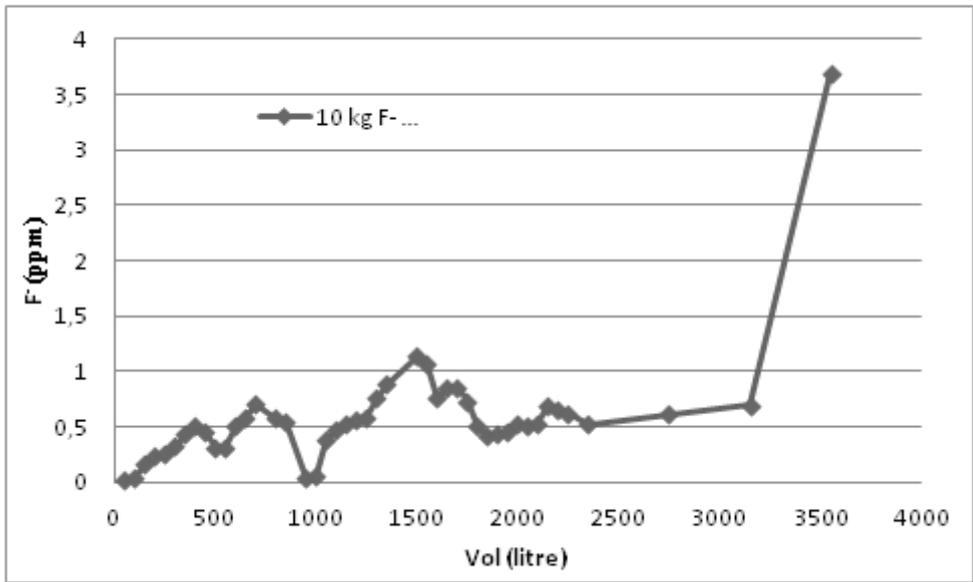
**Figura 3.** Photo of the fabricated filter with four ceramic candles with Activated Alumina



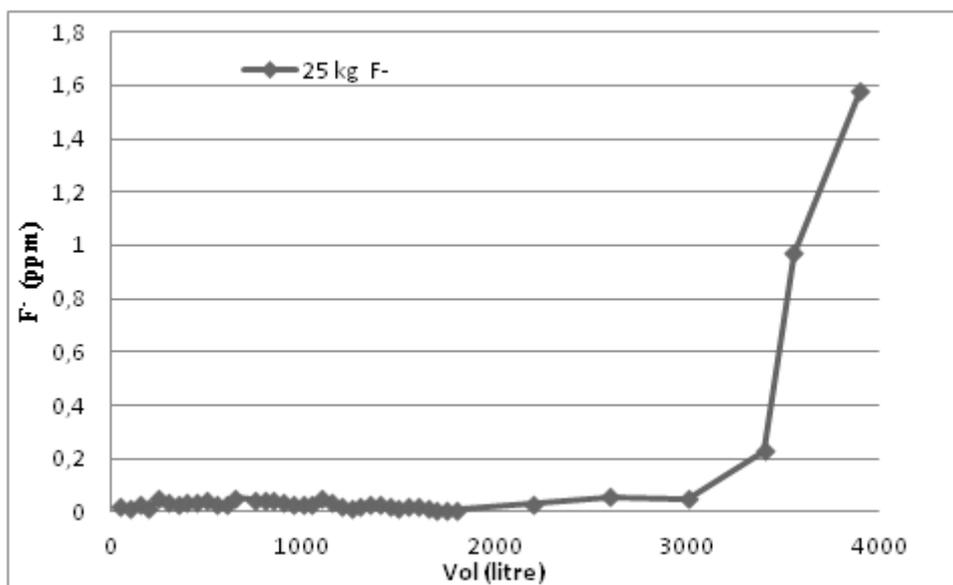
**Figura 4.** Flow rate of filter with 10 kg AA



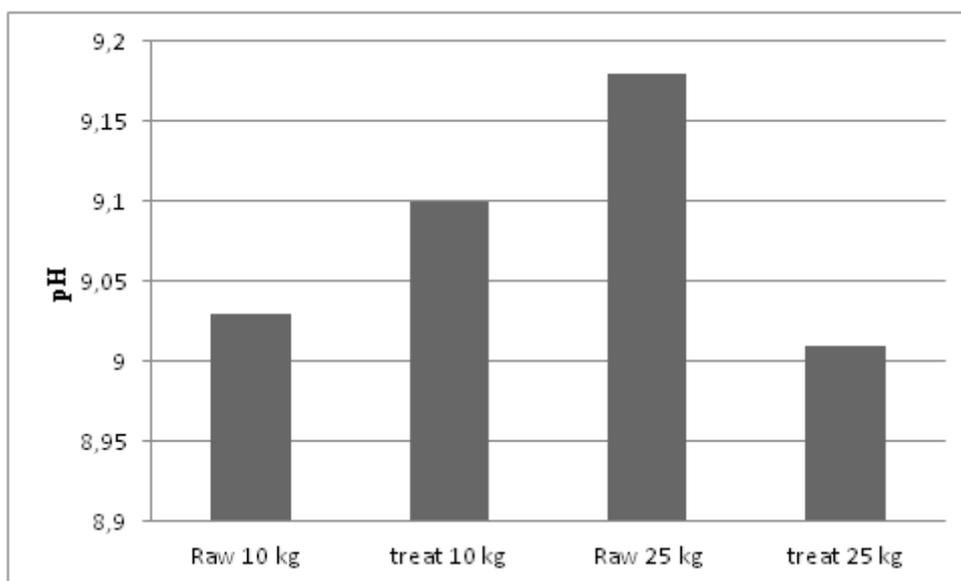
**Figura 5.** Flow rate of filter with 25 kg AA



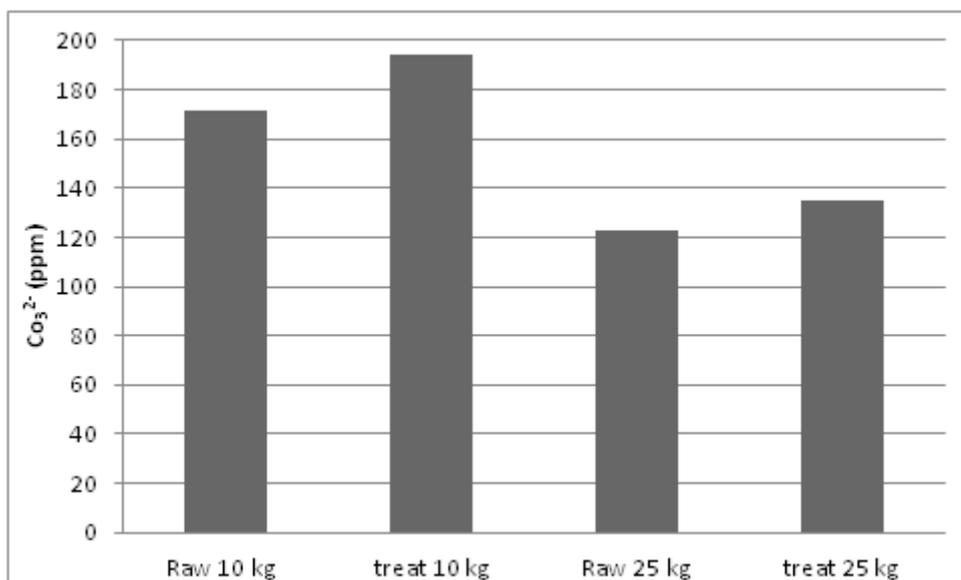
**Figura 6.** Breakthrough profile of filter with 10 kg AA @ average inlet fluoride conc. 2.94 ppm



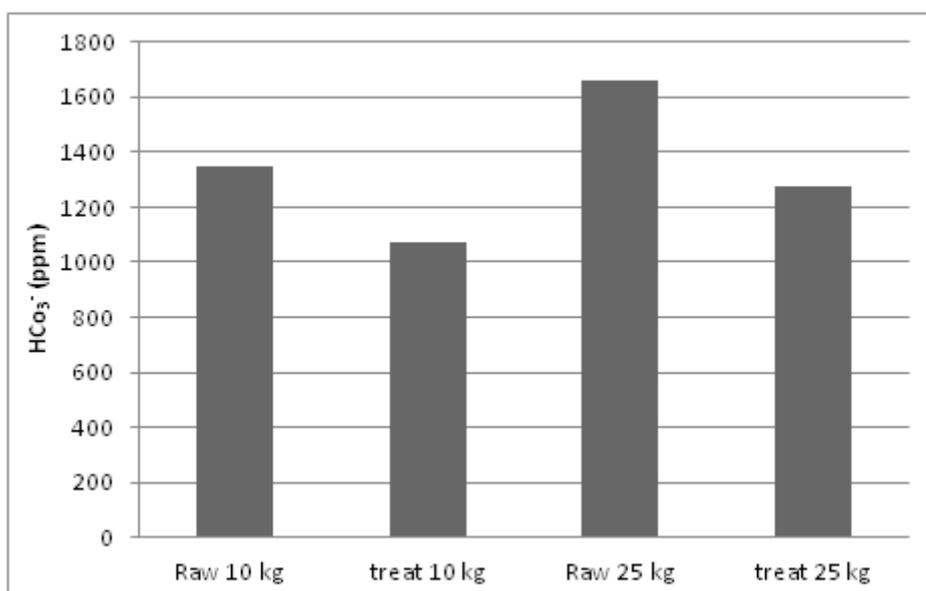
**Figura 7.** Breakthrough profile of filter with 25 kg AA @ average inlet fluoride conc.3.29 ppm



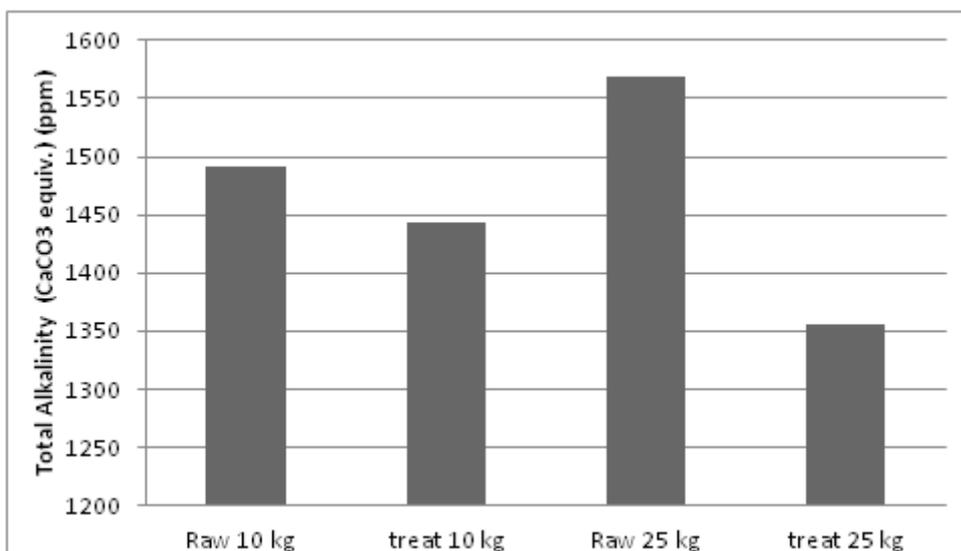
**Figura 8.** Comparative average pH values of raw and treated water from filters with 10 and 25 kg AA



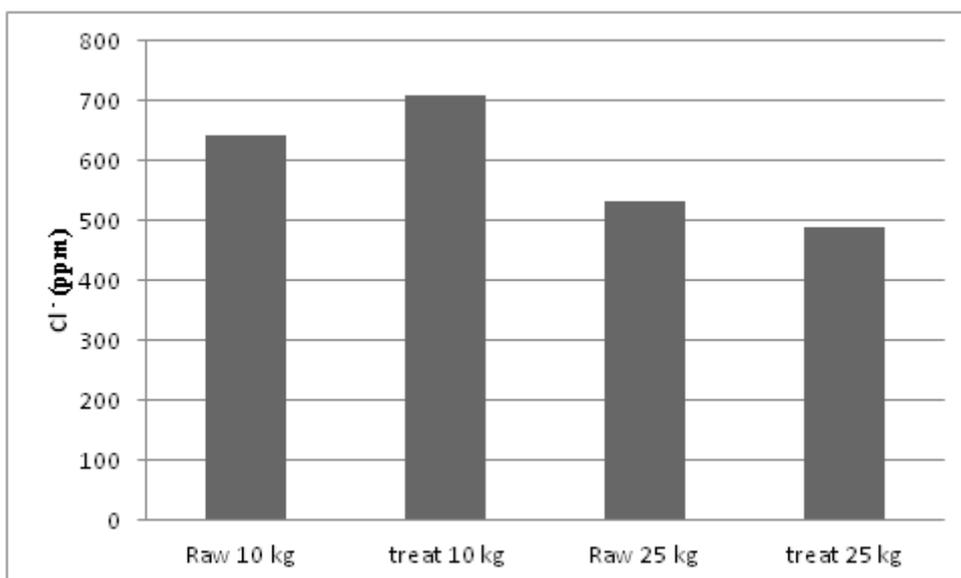
**Figura 9.** Comparative average Carbonate values of raw and treated water from filters with 10 and 25 kg AA



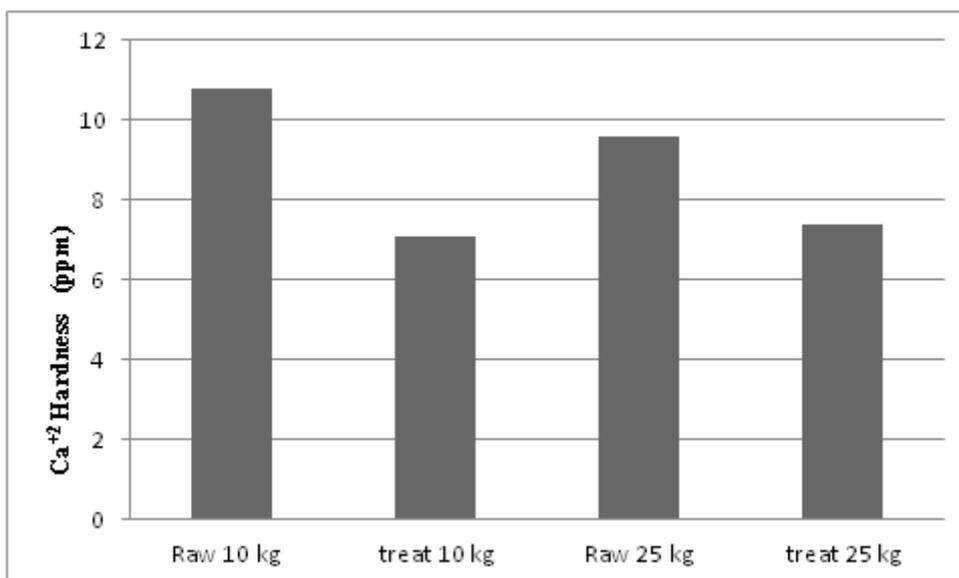
**Figura 10.** Comparative average Bicarbonate values of raw and treated water from filters with 10 and 25 kg AA



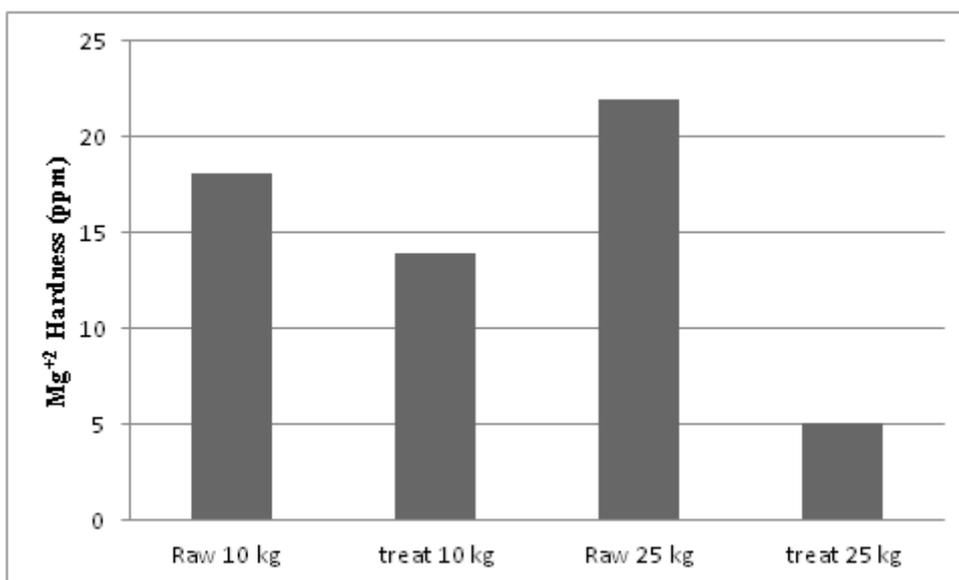
**Figura 11.** Comparative average Total Alkalinity values of raw and treated water from filters with 10 and 25 kg AA



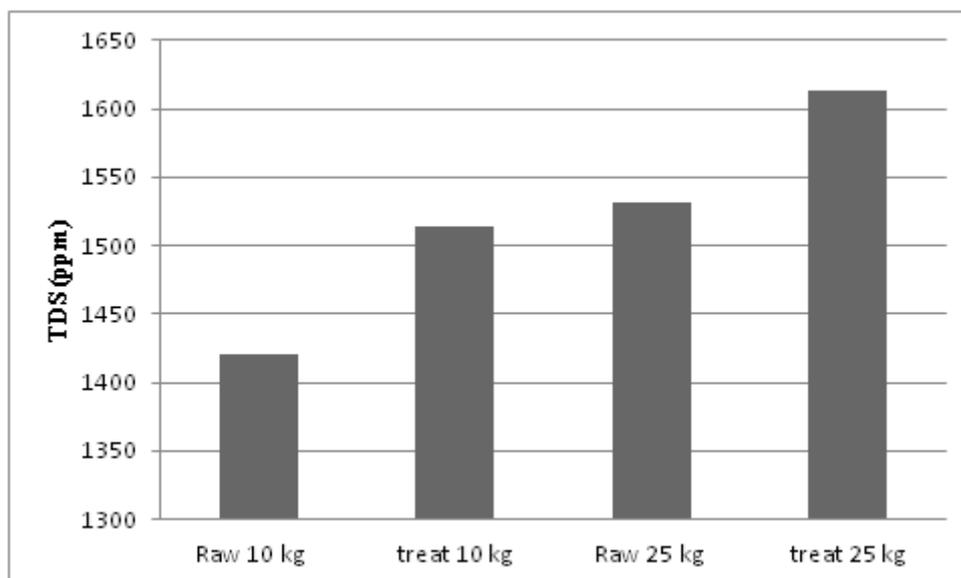
**Figura 12.** Comparative average Cl<sup>-</sup> values of raw and treated water from filters with 10 and 25 kg AA



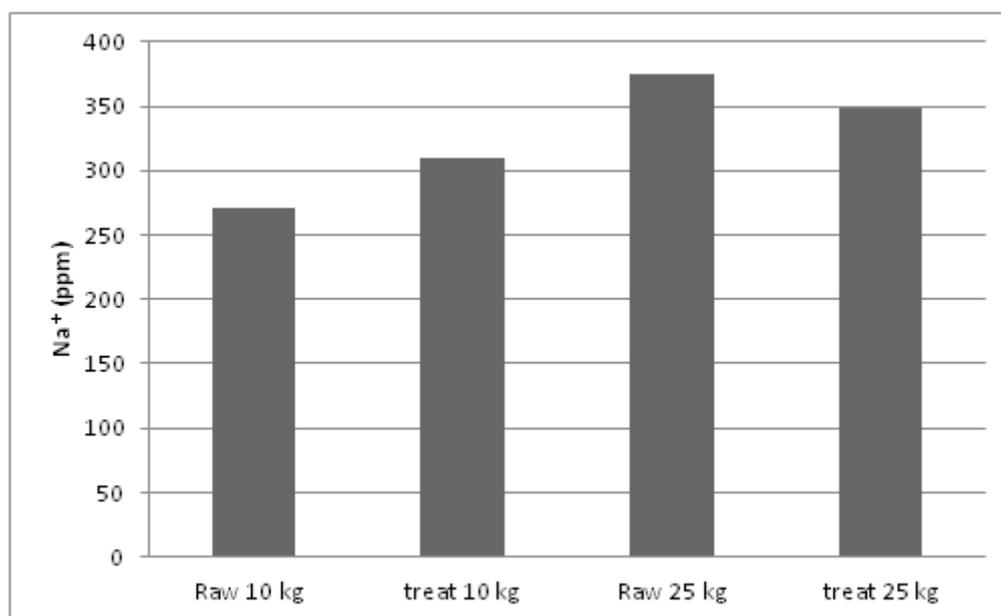
**Figura 13.** Comparative average Ca+2 Hardness values of raw and treated water from filters with 10 and 25 kg AA



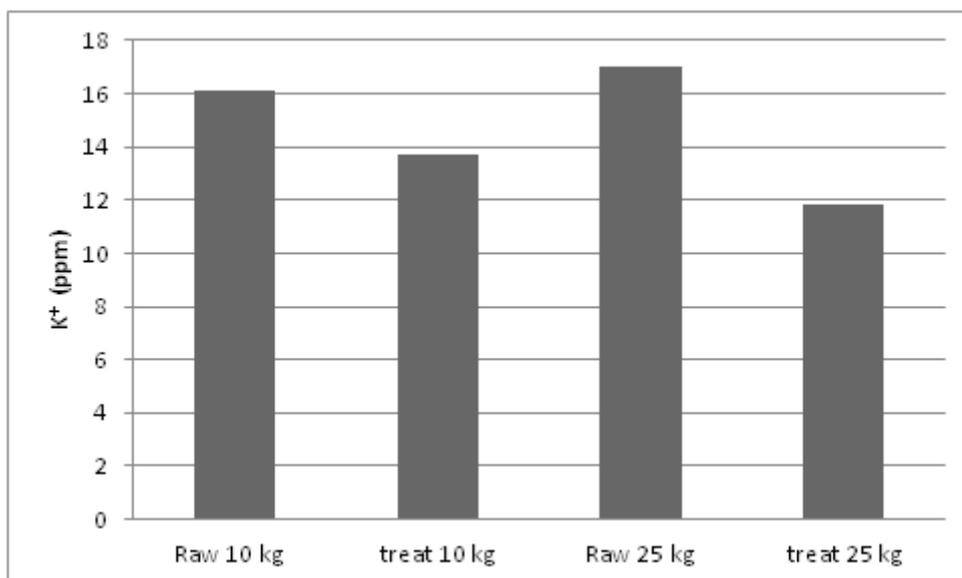
**Figura 14.** Comparative average Mg+2 Hardness values of raw and treated water from filters with 10 and 25 kg AA



**Figura 15.** Comparative average TDS values of raw and treated water from filters with 10 and 25 kg AA



**Figura 16.** Comparative average Sodium values of raw and treated water from filters with 10 and 25 kg AA



**Figura 17.** *Comparative average Potassium values of raw and treated water from filters with 10 and 25 kg AA*



## CARACTERIZAÇÃO DO FÁRMACO ANTIRETROVIRAL EFAVIRENZ A PARTIR DO MÉTODO DE DISSOLUÇÃO INTRÍNSECA

## CHARACTERIZATION OF DRUG ANTIRETROVIRAL EFAVIRENZ FROM THE METHOD OF INTRINSIC DISSOLUTION



VILARINHO, Ana Cristina Sousa Gramoza<sup>1\*</sup>; SOARES SOBRINHO, José Lamartine<sup>3</sup>; SOARES, Monica Felts de La Roca<sup>4</sup>; NUNES, Livio Cesar Cunha<sup>2</sup>

<sup>1,2</sup> Universidade Federal do Piauí, Departamento de Bioquímica e Farmacologia, Campus Universitário Ministro Petrônio Portella - Bairro Ininga - Teresina - PI  
Coordenadoria de Comunicação Social, cep 64049-550, Teresina – PI, Brasil  
(fone: +55 86 3215-5525; fax: +55 86 3215-5526)

<sup>3,4</sup> Universidade Federal de Pernambuco, Departamento de Ciências Farmacêuticas, Av. Artur de Sá, S/N, cep 50740-520, Recife– PE, Brasil  
(fone: +55 81 32721383)

\* *Autor correspondente*  
e-mail: [acsgr@hotmail.com](mailto:acsgr@hotmail.com)

Received 25 March 2013; accepted 29 March 2013

### RESUMO

A dissolução intrínseca é um teste que tem sido utilizado durante muitos anos para a caracterização das drogas sólidas. Este trabalho objetivou a caracterização do fármaco antirretroviral efavirenz a partir da dissolução intrínseca e comparação com o sistema de classificação biofarmacêutica (SCB). Inicialmente, preparou-se a curva de calibração com 5 pontos lidas no comprimento de onda de 247 nm, a fim de analisar a concentração das amostras. Para a formação da pastilha utilizou-se 20 mg do fármaco sob pressão de 2 toneladas durante 1 minuto. Em seguida, realizou-se o teste de dissolução intrínseca no meio lauril sulfato de sódio a 0,5% a 37°C, sob agitação de 50 rpm. Ao analisar os dados obtidos, observou-se que a curva de calibração foi linear apresentando  $r = 0,9998$ . Em relação a velocidade de dissolução intrínseca (VDI), esta foi igual a 0,0058 mg/mL/min corroborando com o SBC sendo um fármaco de baixíssima solubilidade em água. Dessa forma, por dispor de condições mais controladas a dissolução intrínseca tem se tornado evidência com o propósito de ser empregado no SBC, sendo utilizado para caracterização de fármacos.

**Palavras-chave:** *Sistema de classificação biofarmacêutica. Velocidade de dissolução intrínseca. Calibração.*

### ABSTRACT

The intrinsic dissolution is a test which has been used for many years for the characterization of solid drug. This study aimed to characterize the antiretroviral drug efavirenz from the intrinsic dissolution and compared to the biopharmaceutical classification system (BCS). Initially, was prepared a calibration curve with 5 points read at wavelength of 247 nm in order to analyze the concentration of the samples. For the formation of the tablet was used 20 mg of the drug under pressure of 2 tons for 1 minute. Then, the test was carried out intrinsic dissolution in the middle sodium lauryl sulphate 0.5% at 37 ° C under agitation of 50 rpm. By analyzing the data obtained, it was observed that the calibration curve was linear with  $r = 0.9998$ . Regarding the intrinsic dissolution rate (VDI), this was equal to 0.0058 mg/ml/min corroborating the SBC is a drug of low water solubility. Thus, by having more controlled conditions the intrinsic dissolution has become evidence for the purpose of being employed in the SBC and is used for characterization of pharmaceuticals.

**Keywords:** *Biopharmaceutical classification system. Intrinsic dissolution rate . Calibration.*

## INTRODUÇÃO

A dissolução intrínseca é um teste que tem sido utilizado durante muitos anos para a caracterização das drogas sólidas (AMIDON *et al.*, 1982; YU AND AMIDON, 1999). A faixa ou velocidade de dissolução intrínseca (VDI) é definida como a faixa de dissolução de substâncias puras sob condições constantes de área superficial, temperatura, agitação e pH (UNITED STATES PHAMACOPEIA, 2009).

Isto fornece informações valiosas como o comportamento físico-químico da substância no meio de dissolução e a boa correlação entre a solubilidade e a faixa de dissolução intrínseca dos fármacos (NICKLASSON *et al.*, 1981, 1988; GU *et al.*, 1987).

A VDI pode ser utilizada para avaliar parâmetros como: determinação de parâmetros termodinâmicos associado com a fase de transição da cristalinidade, determinação da faixa de pH para perfis de dissolução, estudo de surfactantes e efeitos do pH na solubilização de fármacos de baixa solubilidade (WADKE AND REIER, 1972; DAHLAN *et al.*, 1987; JINNO *et al.*, 2000; CHAN AND GRANT, 1989).

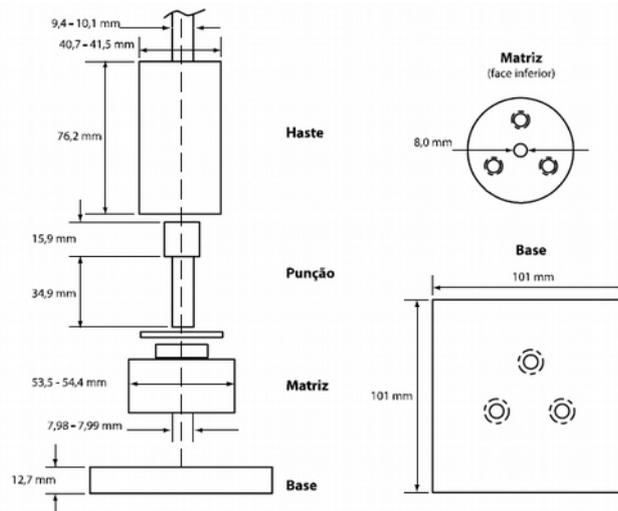
Segundo o SCB, a solubilidade de um fármaco é determinada pela dissolução da dosagem mais alta de um medicamento em 250 mL de uma solução tampão de pH entre 1,0 e 8,0. Um fármaco é considerado altamente solúvel quando o resultado, em volume, da relação dose/solubilidade é menor ou igual a 250 mL (FDA, 1997).

A VDI está relacionada à velocidade e não a um equilíbrio, de modo que esperasse uma melhor correlação entre a dissolução *in vivo* da substância, e conseqüentemente com o sistema de classificação biofarmacêutica (SCB), do que com a solubilidade. Por esse motivo, tem sido sugerido que a VDI seja utilizado para classificar os fármacos ao invés da solubilidade. (AMIDON *et al.*, 1995; YU *et al.*, 2004).

Desta forma, resultados discrepantes podem existir entre os métodos de solubilidade e de VDI (YU, 2004), já que no primeiro considera-se a quantidade de fármaco utilizado e no segundo não, pois este analisa a quantidade de material necessária para a saturação.

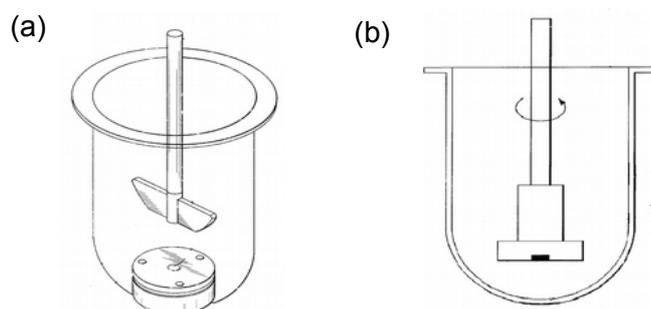
O típico aparato consiste em uma punção e uma matriz fabricada a partir de aço resistente.

A punção é inserida na cavidade da matriz e o material teste é comprimido com uma prensa hidráulica. A pastilha compacta é formada na cavidade, contendo uma única face exposta com área definida no fundo da matriz (Figura 1). O pó é comprimido com uma prensa hidráulica por 1 minuto na compressão mínima necessária para formar uma pastilha não desintegrante (UNITED STATES PHAMACOPEIA, 2009).



**Figura 1.** Equipamento para dissolução intrínseca.

Existem dois métodos para a realização da dissolução intrínseca: sistema de disco rotativo, também conhecido com “Wood’s apparatus”, e sistema de disco fixo (Figura 2).



**Figura 2.** Tipos de dissolução intrínseca: sistema de disco estacionário ou fixo (a) e rotatório (b).

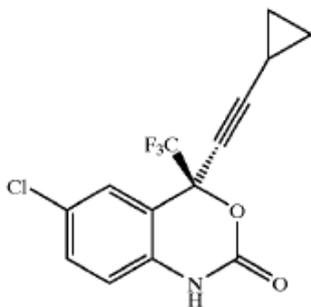
A utilização do disco rotativo é mais comum, porém boa correlação dos resultados é observada em comparação com o sistema de

disco fixo e até com outros sistemas não descritos em farmacopéias, mas já testados em estudos para a determinação da velocidade de dissolução intrínseca, como o método da célula de fluxo e um aparato em miniatura (Mini-IDR™) semelhante ao disco rotativo (BERGER *et al.*, 2007; LEHTO *et al.*, 2008; PELTONEN *et al.*, 2003; TSINMAN *et al.*, 2009; VIEGAS *et al.*, 2001).

Em relação ao modelo de disco rotativo, esta desvantagem está relacionada a formação de bolhas na pastilha formada na superfície da matriz; além disso, pelo fato do aparato rotatório deste ser mais pesado, cerca de 512g, em relação ao aparato pá, por volta de 144g, pode haver decréscimo de aproximadamente de 2°C da temperatura do meio de dissolução. Ambos os problemas podem gerar uma diminuição da efetividade da dissolução intrínseca (VIEGAS *et al.*, 2001; UNITED STATES PATENT, 2002)

## Efavirenz

Efavirenz é um agente antirretroviral classificado como inibidores da transcriptase reversa não-análogos de nucleosídicos (ITRNNs) (Figura 3 e Tabela 1). Juntamente com os fármacos lamivudina e zidovudina, dentro da classe de ITRNN, o EFV é considerado como fármaco de primeira escolha, preferencial à nevirapina, exceto para gestantes e crianças menores de 3 anos. Essa opção está fundamentada na sua elevada potência de supressão viral, comprovada eficácia a longo prazo e ao menor risco de efeitos adversos sérios (BRASIL, 2008; BRASIL, 2009).



**Figura 3.** Estrutura química do EFV.

**Tabela 1.** Propriedades físico-químicas do fármaco efavirenz.

Características	Descrição
Nome químico	(S)-6-Chloro-4-(cyclopropylethynyl)-1,4-dihydro-4 (trifluoromethyl)-2H-3,1-benzoxazin-2-one
Fórmula molecular	C <sub>14</sub> H <sub>9</sub> ClF <sub>3</sub> NO <sub>2</sub>
Peso molecular	315.68 g/mol
pKa	10,3
Descrição	Pó cristalino branco ou quase branco, inodoro
Faixa de fusão	136 °C a 141 °C
Solubilidade	Praticamente insolúvel em água, solúvel em metanol e diclorometano

Fonte: Adaptado de PATENTE US 6673372 Crystalline Efavirenz.

Visto isso, objetivou-se a caracterização deste fármaco a partir da dissolução intrínseca para sua melhor caracterização e comparação com o SCB.

## PARTE EXPERIMENTAL

### 2.1. Matérias primas e vidrarias

Nesta análise foi utilizada a matéria-prima EFZ Cristália® (lote 15845). Como meio de dissolução foi utilizado lauril sulfato de sódio a 0,5%. Utilizou-se álcool etílico absoluto na etapa inicial da curva de calibração. Foram utilizados também papéis de filtro quantitativos, tubos de ensaio, balões volumétricos e pipetas volumétricas devidamente calibrados.

### 2.2. Equipamentos

Os equipamentos utilizados foram balança analítica Chio® modelo JK-200, espectrofotômetro UV-VIS Varian® modelo Cary 30; Dissolutor Nova Ética Modelo 299 com seis cubas;

### 2.3. Metodologia

#### 2.3.1 Preparação da solução amostra

As amostras de EFV puro foram analiticamente pesadas e solubilizadas. Como solvente, foi utilizado um solução de álcool etílico absoluto, obtendo-se uma concentração de 400

µg/mL. As amostras foram preparadas em triplicata.

### 2.3.2 Preparação da curva controle

Partindo da solução estoque do padrão de EFV (400 µg mL<sup>-1</sup>), foram realizadas diluições com o meio lauril sulfato de sódio (LSS) 0,5% para a obtenção das seguintes concentrações: 2, 4, 8, 10 e 12 µg/mL. A curva controle foi preparada e as amostras foram lidas no comprimento de onda de 247nm. Esta curva também foi utilizada para o cálculo das concentrações das amostras.

### 2.3.3 Desenvolvimento do método analítico

Pesou-se 20 mg de fármaco, e em seguida realizou-se a compressão do pó dentro da cavidade no interior da matriz do aparato de dissolução intrínseca, através de uma prensa hidráulica. A pressão exercida sob o pó foi de 2 toneladas durante 1 minuto. Na dissolução intrínseca foi utilizado o meio LSS 0,5%, a temperatura de 37°C, sob agitação de 50 rpm. Esta técnica foi realizada com o disco estacionário no fundo da cuba, onde foi utilizado o aparato tipo 2 (pá). Esta dissolução foi realizada durante 60 minutos, nos quais as alíquotas de 10 mL foram retiradas nos tempos 10, 20, 30, 45 e 60 minutos. Estas amostragens foram feitas sem reposição, no entanto os resultados foram matematicamente corrigidos.

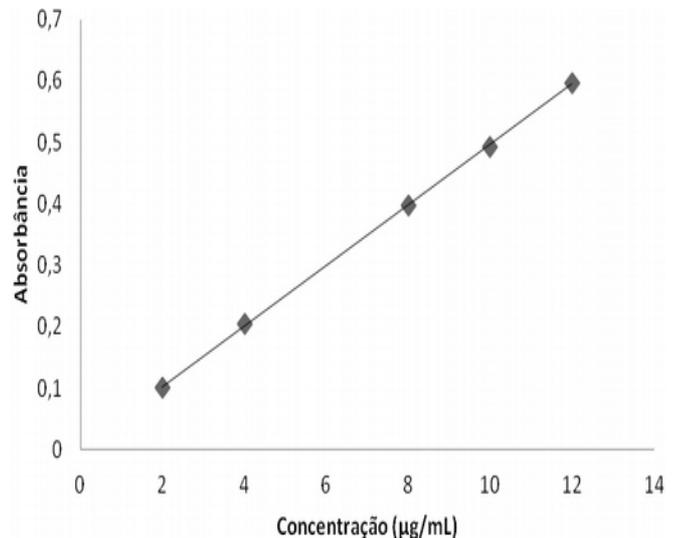
## RESULTADOS E DISCUSSÃO:

Nos Gráfico 1, observa-se que as concentrações com suas respectivas absorbâncias apresentaram-se de forma linear, o que pode ser confirmado com o descrito na Tabela 2 pois o coeficiente de correlação (r) de apresentou valor superior a 0,99, como recomendado pela ANVISA através da RDC 899/2003.

**Tabela 2.** Dados obtidos a partir da curva de calibração do EFV e 5TiO1.

Dados	EFV
r	0,9998
Slope	0,0492
Intercepto	0,0044

**Legenda:** r (coeficiente de correlação).



**Gráfico 1.** Curva de calibração do EFV.

A mensuração da faixa de dissolução intrínseca é uma ferramenta funcional na caracterização de drogas ou excipientes puros. A faixa de dissolução intrínseca é definida como faixa de dissolução de substâncias puras sob condições de área superficial constante (UNITED STATES PHARMACOPEIA, 2009).

A VDI é facilmente calculada por:

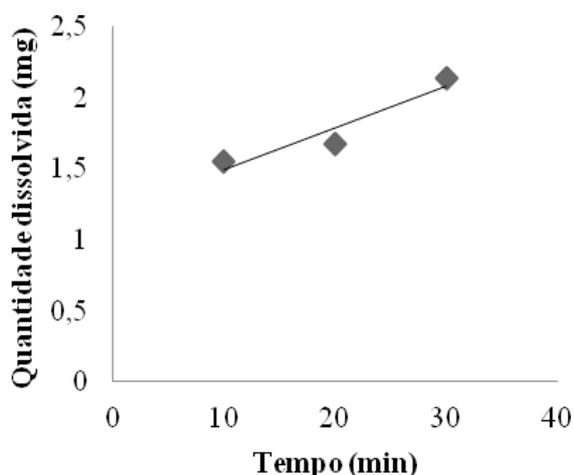
$$J = \frac{V \cdot dc \cdot 1}{d \cdot t \cdot A} \quad (\text{Eq. 1})$$

onde  $J$  é a faixa de dissolução intrínseca,  $V$  é o volume do meio de dissolução,  $c$  é a concentração,  $A$  é a área da cavidade da matriz, e  $t$  é o tempo (YU *et al.*, 2004).

Para o cálculo da VDI é necessário construir um gráfico da quantidade acumulada de fármaco dissolvido em função do tempo e, pela regressão linear dos pontos, com a obtenção da equação da reta, tem-se a velocidade de dissolução em unidade de massa por segundo, representada pelo valor do coeficiente angular. A velocidade de dissolução é determinada dividindo-se esse valor pela área superficial do compactado em cm<sup>2</sup>, sendo reportada em unidade de massa cm<sup>-2</sup> s<sup>-1</sup> (UNITED STATES PHAMACOPEIA, 2009).

O gráfico obtido da quantidade de fármaco dissolvido em função do tempo pode apresentar curvatura (alteração da inclinação da reta) e, neste caso, deve-se considerar apenas a região linear inicial para o cálculo da velocidade de dissolução (UNITED STATES

PHARMACOPEIA, 2009). Apesar de o Gráfico 2 apresentar coeficiente de correlação menor que 0,99 (Tabela 3), os coeficientes angulares (slope) foram utilizados para o cálculo da VDI já que estes pontos foram os que se mostraram em ascensão antes de a concentração do fármaco chegar ao equilíbrio. Este fato pode ser devido a baixa solubilidade do fármaco no meio fazendo com que apenas uma pequena quantidade esteja dissolvida no meio (Gráfico 2), podendo gerar flutuações no próprio equipamento comprometendo a linearidade.



**Gráfico 2.** Região inicial linear dos fármacos EFV.

**Tabela 3.** Dados obtidos a partir da dissolução intrínseca dos fármacos EFV e 5TiO1.

Dados	EFV
r	0,8976
Slope	0,0291
Intercepto	1,2051

Legenda: r (coeficiente de correlação).

O conhecimento da velocidade de dissolução intrínseca é útil na predição de prováveis problemas de absorção relacionados a velocidade de dissolução. Tipicamente taxas de dissolução intrínseca maiores que 0,1 mg/min/cm<sup>2</sup> ou 0,0017 mg/cm<sup>2</sup>/s, indicam que possivelmente absorção não está associada à velocidade de dissolução, ao passo que, taxas

de dissolução intrínseca menores que 0,1 mg/min/cm<sup>2</sup> sugerem que a dissolução será a etapa limitante para a absorção, seja, fármacos com VDI acima desse valor seriam considerados de alta solubilidade e velocidades abaixo desse limite, indicariam fármacos de baixa solubilidade (YU *et al*, 2004).

**Tabela 4.** Velocidade de dissolução intrínseca (VDI) dos fármacos EFV e 5TiO1.

Fármaco	VDI (mg/mL/min)
EFV	0,0058

Na Tabela 4, observa-se que o fármaco apresentou-se abaixo da faixa, se classificando como de baixa solubilidade, de acordo com a medida da VDI, estando também em concordância com SBC. Desta forma, este método evidenciou as características do fármaco puro, devido a suas condições mais controladas. Em diversos estudos, atualmente, tem-se demonstrado a importância da utilização deste método para maior confiabilidade no Sistema de Classificação Biofarmacêutica (SCB), visto que em um ensaio de solubilidade convencional, onde a quantidade de um fármaco é mantida sob agitação e temperaturas constantes até a saturação da solução, a determinação da real solubilidade do material pode ser comprometida, devido as possíveis ocorrências de recristalizações durante o ensaio, que podem provocar alteração da forma cristalina, formação de hidratos e solvatos (YAZDNIAN *et al.*, 2004; ZAKERI-MILANI, 2009).

## CONCLUSÕES:

Com a análise dos fármacos, observa-se que a dissolução intrínseca avalia de maneira precisa as propriedades do fármaco em questão, justamente por dispor de condições mais controladas durante o experimento. Dessa forma, a dissolução intrínseca tem se tornado evidência com o propósito de ser empregado no SBC, sendo utilizado para caracterização de fármacos.

## REFERÊNCIAS:

1. AMIDON, G.E., HIGUCHI, W.I., HO, N.F. *J. Pharm. Sciences*, **1982**, 71, 77–84.
2. AMIDON G. L.; LENNERNÄS, H.; SHAH, V. P.; CRISON, J. R. *Pharm. Res.*, **1995**, 12,

413-420.

3. BERGER, C. M., TSINMAN, O.; VOLOBOY, D.; LIPP, D.; STONES, S.; AVDEEF, A. *Dissolution Technologies*, **2007**, 39-41.

4. BRASIL. Ministério da Saúde. Recomendações para terapia anti-retroviral em adultos infectados pelo HIV: Manual de Bolso, Brasília, DF, **2008**, p.244.

5. BRASIL. Ministério da Saúde. Recomendações para Terapia Antirretroviral em Crianças e Adolescentes Infectados pelo HIV: manual de bolso, Brasília, DF, 2009. p. 200.

6. CHAN, H.K., GRANT, D.J. *Intern. J. Pharm.*, **1989**, 57, 117-124.

7. DAHLAN, R., MCDONALD, C., SUNDERLAND, V.B. *J. Pharm. and Pharmac.*, **1987**, 39, 246-251.

8. GUIDANCE for Industry Dissolution Testing of Immediate Release Solid Oral Dosage Forms. Rockville: FDA, **1997**.

9. GU, L.; HUYNH, O.; BECKER, A.; PETERS, S.; NGUYEN, H.; CHU, N. *Drug Devel. Ind. Pharm.*, **1987**, 13, 437-448.

10. JINNO, J., CRISON, J.R., AMIDON, G.L. *J. Pharm. Sci.*, **2000**, 89, 268-274.

11. LEHTO, P.; AALTONEN, J.; NIEMELÄ, P.; RANTANEN, J.; HIRVONEN, J.; TANNINEN, V. P.; PELTONEN, L. *Intern. J. Pharm.*, **2008**, 363, 66-72.

12. NICKLASSON, M.; BRODIN, A.; NYQVIST, H. *Acta Pharm. Suecica*, **1981**, 18, 119-128.

13. NICKLASSON, M.; FYHR, P.; MAGNUSSON, A. B.; GUNNVALD, K. *Inter. J. Pharm.*, **1988**, 46, 247-254.

14. PELTONEN, L.; LILJEROTH, P.; HEIKKILÄ, T.; KONTTURI, K.; HIRVONEN, J. *Eur. J. Pharm. Sc.*, **2003**, 19, 395-401.

15. TSINMAN, K.; AVDEEF, A.; TSINMAN, O.; VOLOBOY, D. *Pharm. Res.*, **2009**, 26, 9, 2093-2100.

16. UNITED STATES PATENT. Distek, Inc., North Brunswick, NJ (US). Tacey X. Viegas, Gerald Brinker, Michael Cai. Intrinsic Dissolution Apparatus with Stationary Sample Holder. US6497157, 13 nov. 2000, 24 dec. **2002**.

17. VIEGAS, T. X.; CURATELLA, R. U.; WINKLE, L. L. V.; BRINKER, G. *Pharm. Tech.*, **2001**, 6, 44-53.

18. UNITED STATES PHARMACOPEIA. 32 ed. Rockville: United States Pharmacopeial Convention, 2009.

19. WADKE, D.A.; REIER, G.E. *J. Pharm. Sci.* **1972**, 61, 868-871.

20. YAZDANIAN, M.; BRIGGS.; JANKOVSKY, C.; HAWI, A. *Pharm. Res.*, **2004**, 21, 2, 293-299.

21. YU, L.X., AMIDON, G.L. Analytical solutions to mass transfer. In: AMIDON, G.L., LEE, P.I., TOPP, E.M. Transport Processes in Pharmaceutical Systems. Marcel Dekker, Inc., pp. 23-54, **1999**.

22. YU, L. X.; CARLIN, A. S.; AMIDON, G. L.; HUSSAIN, A. S. *Inter. J. Pharm.*, **2004**, 270, 221-227.

23. ZAKERI-MILANI, P.; BARZEGAR-JALALI, M.; AZIMI, M.; VALIZADEH, H. *Eur. J. Pharm. Biopharm.* **2009**, 73, 102-106.

# Agenda

## 6º Simpósio Nacional de Biocombustíveis

Data: 24 a 26 de abril de 2013  
Local: Canoas/RS – BRASIL  
Realização: Associação Brasileira de Química  
Informações: <http://www.abq.org.br/biocom/>  
E-mail: [abqeventos@abq.org.br](mailto:abqeventos@abq.org.br)  
Telefone: (0XX21) 2224-4480  
Fax: (0XX21) 2224-6881

## 11º Simpósio Brasileiro de Educação Química

Data: 28 a 30 de julho de 2013  
Local: Teresina/PI – BRASIL  
Realização: Associação Brasileira de Química  
Informações: <http://www.abq.org.br/simpequi/>  
E-mail: [abqeventos@abq.org.br](mailto:abqeventos@abq.org.br)  
Telefone: (0XX21) 2224-4480  
Fax: (0XX21) 2224-6881

## 6º Encontro Nacional de Tecnologia Química

Data: 28 a 30 de agosto de 2013  
Local: Maceió/AL – BRASIL  
Realização: Associação Brasileira de Tintas  
Informações: <http://www.abq.org.br/entequi/>  
E-mail: [abqeventos@abq.org.br](mailto:abqeventos@abq.org.br)  
Telefone: (0XX21) 2224-4480  
Fax: (0XX21) 2224-6881

## IV Seminário Regional Sul de resíduos Sólidos e X Seminário Nacional de Resíduos sólidos

Data: 18 e 19 de abril de 2013.  
Local: Florianópolis/SC – BRASIL  
Realização: Associação Brasileira de Engenharia Sanitária e Ambiental  
Informações: [http://www.abes-dn.org.br/eventos/seminario\\_residuos\\_solidos/index.html](http://www.abes-dn.org.br/eventos/seminario_residuos_solidos/index.html)

E-mail: [abes@abes-dn.org.br](mailto:abes@abes-dn.org.br)  
Avenida Beira-Mar, 216, 13º andar  
Rio de Janeiro - 20021.060  
Tel.\Fax: (21)2277-3900;2262-6838

## 5º Congresso Interamericano de Resíduos Sólidos

Data: 22 a 24 de maio de 2013  
Local: Lima – Peru  
Realização: Asociación Peruana de Ingeniería Sanitaria y Ambiental  
Informações: <http://apis.org.pe/vcongreso2013/>  
E-mail: [informes@apis.org.pe](mailto:informes@apis.org.pe)  
Telefone: (51-1) 447-9074

... a química da comunicação

produtos

- identidade visual corporativa
- logomarcas
- manual de identidade visual

mídia impressa

- material de expediente
- folders
- flyers
- catálogos
- portifólios
- revistas e livros
- cartões de visita e comemorativos
- banners, outdoors e frontlight
- anúncios
- brindes
- certificados
- displays
- mala-direta

mídia audiovisual

- comerciais
- spots
- vts
- inglé

mídia digital

- webdesign
- news letter
- blog
- email
- popup
- site

pesquisa

- de mercado
- de satisfação
- política

**PLENA**  
comunicação e propaganda  
54.3242.5080 | 54.9122.9193  
av. borges de medeiros | sala 04 | espaço domus | nova prata | rs  
[www.plenapublicidade.com.br](http://www.plenapublicidade.com.br)

## Instruções para publicação

Artigos originais devem ser enviados por meio eletrônico para o endereço disponibilizado no [site da revista](#). Deve ser utilizado o *template* disponibilizado no site ([.DOC](#); [.ODT](#); [DOCX](#)).

## Instructions for publications

Original papers should be sent electronically to the address provided on the [journal's website](#). The template available on the site should be used ([.DOC](#); [.ODT](#); [DOCX](#)).

## Notas rápidas

### AUMENTO NO VALOR DAS BOLSAS DE PÓS-GRADUAÇÃO

A partir do dia 01 de abril, as bolsas de mestrado, doutorado e pós-doutorado ofertadas pelo Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq/MCTI) e pela Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (Capes/MEC) terão reajuste de cerca de 10% sobre o valor atual. O pagamento com os novos valores será feito a partir de maio. A bolsa de mestrado passará de R\$ 1.350 para R\$ 1.500, a de doutorado, de R\$ 2.000 para R\$ 2.200, e por fim, a bolsa de pós-doutorado será reajustada de R\$ 3.700 para R\$ 4.100. Este é o segundo reajuste em menos de um ano. Em maio de 2012, o governo federal também concedeu um reajuste de 10% para mestrandos, doutorandos, pós-doutorandos e alunos de iniciação científica. A bolsa é um instrumento para viabilizar a execução de projetos científicos, tecnológicos e educacionais nas pesquisas e projetos apoiados pelos ministérios da Ciência, Tecnologia e Inovação (MCTI) e da Educação (MEC). Antes do reajuste do ano passado, o último reajuste de bolsas de pós-graduação no país havia sido em junho de 2008, quando as de mestrado passaram de R\$ 940 para R\$ 1,2 mil e as de doutorado de R\$ 1,3 mil para R\$ 1,8 mil. Entre 2004 e 2008, houve três aumentos, em que as bolsas obtiveram reajuste de 67% sobre os valores de 2002.

Fonte: [www.cnpq.br](http://www.cnpq.br) e [www.capes.gov.br](http://www.capes.gov.br):

### TRAGÉDIA NO RS

Uma tragédia assolou o Rio grande do Sul logo no início de 2013, um incêndio em uma casa noturna causou a morte de 200 jovens na cidade de Santa Maria.

Luis De Boni

### SUSTO NA RUSSIA

A queda de um objeto celeste na cidade Russa de Chelyabinsk causou pânico entre os moradores.

Luis De Boni

### SITUAÇÃO DELICADA

A Coreia do Norte, potência Nuclear, toma postura agressiva e ameaça transformar a Coreia do Sul em um cemitério. A mesma nação promete atacar os EUA com armas atômicas.

Luis De Boni