

Ata de reunião havida no laboratório central da Assessoria de Gestão da Qualidade da CESAMA para análise de amostra de Hidróxido de Cálcio apresentada pela empresa **Miika Nacional Ltda**, no Pregão Eletrônico 98/2020.

No dia **18/02/2021** às 14:00 h compareceram ao laboratório central da AGQ os representantes da empresa **Miika Nacional Ltda**, Marcelino Mendes e João Bosco Pessoa e da empresa **Carmeuse do Brasil**, Vagner Ferreira; a Técnica/Química (TNM) Grazielle Cristina Silva Rodrigues; o chefe do DETA Lucas Tadeu de O. Fernandes e o Encarregado do DETA Antônio Luís Correa Jr. Assistiram aos ensaios os representantes das empresas **MIIKA** (Marcelino) e **CARMEUSE** (Vagner). Na oportunidade a TNM Grazielle fez as orientações iniciais das normas de conduta do laboratório. Marcelino entregou um frasco de amostra, lote 1132021, perfazendo o quantitativo exigido no edital. O chefe do DETA verificou a rotulagem do mesmo e se encontrava de acordo com as normas. O Chefe do DETA informou que serão feitos em conformidade com a NBR 10790, anexos B, F, G. Marcelino entregou o laudo de análise do lote 1132021 emitido pelo fornecedor, cujos valores expressos atendem ao especificado. A seguir iniciaram-se os ensaios. O primeiro ensaio, anexo F, que determina a estabilidade do produto foi iniciado às 15:15 h e se obteve o resultado às 15:15 de **19/02/2021**. No segundo ensaio, anexo B, para determinação de Hidróxido de Cálcio, Óxido de Cálcio e substâncias reativas a HCl obteve-se o seguinte resultado: na primeira análise foi constatado uma concentração de Hidróxido de Cálcio de 30,43%, Óxido de Cálcio foi constatado a concentração 23,02% e carbonato de cálcio foi verificada a concentração de 2,15% em uma primeira amostra. A pedido do representante da Miika foi feita uma nova análise do último parâmetro e verificou a concentração de 2,03%. A análise do parâmetro descrito no anexo G, que determina a viscosidade e obteve-se o resultado de 16,71 segundos. O chefe do DETA suspendeu a reunião e agendou o retorno para conhecer os resultados às 15:15 h do dia 19/02/2021 no laboratório central da AGQ. No dia **19/02/2021** às 14:00 h compareceram ao laboratório central da AGQ os representantes da empresa **Miika Nacional**, Marcelino Mendes e João Bosco Pessoa; a Técnica/Química (TNM) Grazielle Cristina Silva Rodrigues; o chefe do DETA Lucas Tadeu de O. Fernandes e o Encarregado do DETA Antônio Luís Correa Jr. A empresa **Carmeuse do Brasil** não enviou representantes presenciais para esse retorno. Diante desse fato o chefe do DETA optou por fazer uma vídeo chamada com o Sr. Alexandre Costa. O Chefe do DETA informou que os resultados dos ensaios da análise referente ao anexo F que afere a estabilidade do Produto e nesse parâmetro a amostra atendeu à especificação. O representante da MIIKA Sr. Marcelino, fez algumas considerações sobre os ensaios realizados e pediu que fossem analisadas antes da apresentação do resultado final. A primeira consideração feita foi sobre a solução usada na titulação do ensaio realizado conforme o anexo B; segundo o representante a solução estava pronta a pelo menos 17 dias, o que pode interferir no resultado obtido, requer que seja preparada uma nova solução e realizado um novo ensaio na amostra. A segunda consideração se refere à viragem da titulação na análise de Hidróxido de Cálcio de rosa a incolor, segundo o representante a viragem foi imediata e considera que a solução ficou ainda levemente rosada e não incolor como deveria. A terceira consideração refere-se a eliminação de CO₂ na análise de carbonato, o representante informa que a amostra foi aquecida por três minutos e não chegou ao ponto de ebulição, afirma que o recomendado é que a amostra entre em ebulição por três minutos para eliminação do CO₂. A quarta e última consideração é que a bureta seja sempre volumada ao se fazer o ensaio, partindo-se sempre da bureta cheia. Diante desses fatos e pela dificuldade expressa pelo Sr. Alexandre quanto à qualidade do som na comunicação através da vídeo chamada o chefe do DETA informou que por não ser possível a presença neste dia da TNM – Grazielle no horário da reunião e pelos fatos expostos ao Sr Alexandre e aos demais presentes que estava suspendendo a reunião para analisar as considerações e que, a fim de garantir o princípio do contraditório, essa ata será enviada à Carmeuse e concedido o prazo até o dia 22/02/2021 para apresentar suas contra

razões às considerações da MIIKA. O Chefe do DETA informou que a reunião seria suspensa até a apresentação das contrarrazões pela Carmeuse. O Chefe do DETA informou ainda que a amostra da MIIKA será acondicionada de forma adequada caso seja necessário, repetir os ensaios. O Sr. Alexandre e o Sr. Marcelino concordaram expressamente com os procedimentos propostos pelo Chefe do DETA. No dia 23/02/2021 a Carmeuse apresentou as seguintes contra argumentações:

Primeira contra argumentação: A consideração não é pertinente uma vez que a solução preparada está dentro do prazo de validade e sua fatoração foi realizada no dia da análise e não a 17 dias atrás. Soluções P.A. são fornecidas com seu fator de correção definidos e a validade é de 2 anos, sendo assim 17 dias não irá interferir em nada no resultado analítico, uma vez que a solução foi devidamente fatorada para utilização. Exemplo de solução P.A. com prazo de validade de 02 anos. **Segunda consideração:** A segunda consideração se refere à viragem da titulação na análise de Hidróxido de Cálcio de rosa a incolor, segundo o representante a viragem foi imediata e considera que a solução ficou ainda levemente rosada e não incolor como deveria. **Segunda contra argumentação:** A norma ABNT 10790 que foi seguida pelo CESAMA diz no item B.4.2.5 – *Titular com solução de ácido clorídrico 0,5 M fatorado até o ponto de viragem da titulação. Anotar o volume gasto (Va)*. Em nenhum momento diz que deveria esperar uma nova viragem ou reação química para continuar a titulação, este mesmo padrão de procedimento foi utilizado para análise da amostra da Carmeuse do Brasil no dia 04/02/2021. **Terceira consideração:** A **terceira consideração** refere-se à eliminação de CO₂ na análise de carbonato, o representante informa que a amostra foi aquecida por três minutos e não chegou ao ponto de ebulição, afirma que o recomendado é que a amostra entre em ebulição por três minutos para eliminação do CO₂. **Terceira Contra Argumentação:** A Norma técnica diz o item B.4.3.3 “*Aquecer em chapa por 3 minutos para eliminar a interferência de CO₂*”. Não menciona aguarda fervura em nenhum momento. Mais uma vez a Carmeuse salienta que o mesmo procedimento foi executado para a realização dos ensaios com a amostra da Carmeuse do Brasil. **Quarta consideração:** A quarta e última consideração é que a bureta seja sempre volumada ao se fazer o ensaio, partindo-se sempre da bureta cheia. **Quarta Contra Argumentação:** Quanto a questão de avolumar a bureta, também não entendemos como isso pode influenciar no resultado obtido, já que todas as vezes que a bureta não estava “zerada”, os cálculos relacionados para descontar o volume inicial da titulação foram realizados de forma correta.” A CESAMA, de sua parte conclui que: 1- Sobre a estabilidade da Solução de Hidróxido de Potássio 0,5M. R: O preparo da amostra foi realizado seguindo as orientações descritas no anexo J da ABNT 10790/15. E não existe nenhuma orientação no sentido de que esta solução deve ser preparada no intervalo menor do que 17 dias entre seu preparo e a análise, ou melhor, a norma não estipula prazo de validade para esta solução. 2- Ponto de Viragem. R: Ponto de equivalência é o ponto onde ocorre a igualdade do número de equivalentes-grama das substâncias titulante e titulada. Em uma titulação por via úmida, não é possível detectar com precisão o instante em que ocorre a equivalência, ou seja, só se consegue perceber que o ponto de equivalência foi atingido quando se adiciona um mínimo excesso (uma ou duas gotas) do agente titulante - este ponto é denominado ponto final. O ponto final numa titulação ácido-base utilizando como indicador a solução de fenolftaleína é observado na mudança de cor do rosa para o incolor. Esta, é uma percepção visual, e do ponto de vista da técnica que realizou as análises, houve sim essa mudança de cor. E como observado acima, qualquer gota a mais já seria excesso. 3- Eliminação do CO₂. R: De acordo com o procedimento descrito no item B.4.3.3 da ABNT 10790/15, a amostra deve ser aquecida por 3 minutos para eliminar a interferência de CO₂. Em nenhum momento a norma específica que deve ser levado a fervura para depois começar a contar os três minutos. 4- Volume da bureta. R: Não existe diferença significativa na variação do volume partindo-se da bureta preenchida ou não, desde que o menisco seja acertado corretamente.

Dessa forma foram mantidos os resultados anteriores das análises e a amostra foi considerada **NÃO CONFORME**. Nada mais havendo a tratar, lavrou-se esta ata para que fique registrado e segue assinada pelos presentes. Juiz de Fora, 23 de fevereiro de 2021.

Lucas Tadeu de O. Fernandes



Antônio Luis Correa Jr.



Grazielle Cristina Silva Rodrigues



Marcelino Mendes



João Bosco Pessoa



Vagner Ferreira

