



## AUTOMAÇÃO EM LABORATÓRIOS INDUSTRIAIS \*

*A automação de laboratórios industriais conhece um grande avanço devido à baixa de preços de microprocessadores e computadores e às exigências das novas técnicas analíticas.*

*Essa automação é susceptível de uma aproximação modular tendo por base os componentes de uma análise. — Amostragem, tratamento da amostra, medição e calibração, controle dos parâmetros instrumentais, tratamento de resultados e relatório, distribuição e arquivo. A forma mais completa de automação é a dos analisadores "on-line".*

*A automação exige do analista uma sólida formação em química, complementada com conhecimentos de instrumentação, programação e electrónica.*

\* Comunicação apresentada no Painel sobre Química Analítica na Indústria realizado em 21 de Outubro de 1983 em Aveiro e integrado no programa do 6.º Encontro Anual da Sociedade Portuguesa de Química.

### 1 — INTRODUÇÃO

Durante muito tempo, falar de automação em laboratórios era falar de laboratórios clínicos. O grande volume de amostras de tipos pouco variados (normalmente sangue e urina), a existência de métodos estabelecidos e padronizados facilitaram muito a sua automação.

O mesmo não se passava nos laboratórios industriais em que a grande variedade de amostras, o seu número comparativamente menor e a existência de múltiplos métodos retardaram essa via.

Nos tempos mais recentes, no entanto, a automação vem fazendo a sua entrada nos laboratórios industriais, e isso devido a 2 tipos de factores: Por um lado, a introdução de microprocessadores e microcomputadores no laboratório, que levaram à generalização do equipamento automático a baixo custo. Por outro lado, a aparição de métodos cada vez mais sensíveis e precisos de análise, exigindo cada vez mais "habilidade" manual e portanto solicitando a precisão da máquina.

Um exemplo: A câmara de grafite exige que um pequeno volume de amostra 20  $\mu$ l seja introduzido através de um orifício de 1 mm de diâmetro e depositado sempre no mesmo ponto da parede de um tubo, a fim de assegurar a reprodutibilidade da análise.

### 2 — COMPONENTES DE UMA ANÁLISE

Considerando-se os diversos componentes de uma análise vamos ver a automação de cada um deles (Quadro 1).

Quadro 1  
Componentes de uma análise

- |  |
|--|
| <ul style="list-style-type: none"><li>— Amostragem</li><li>— Tratamento de amostra</li><li>— Medição da amostra. Calibração</li><li>— Controle dos parâmetros instrumentais</li><li>— Tratamento de resultados</li><li>— Relatório, distribuição e arquivo</li></ul> |
|--|

#### 2.1 — AMOSTRAGEM

A amostragem é, de todos os componentes da análise, o menos automatizado, em primeiro lugar devido ao afastamento físico entre a fábrica e o

laboratório. Uma excepção óbvia são os analisados processuais.

## 2.2 — PREPARAÇÃO DA AMOSTRA

Pelo contrário a preparação da amostra — concentração, diluição, adição de reagentes, etc. — tem sido frequentemente automatizada (fig. 1).

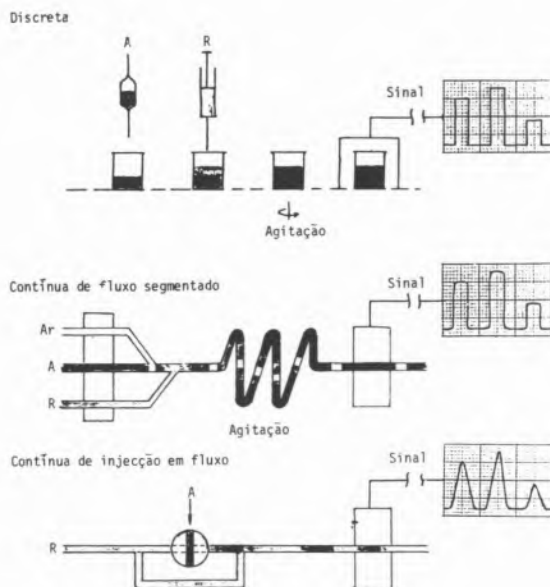


Fig. 1  
Preparação de amostra

Dois tipos de preparação da amostra se podem utilizar:

- discreta, em que a amostra é colocada num recipiente que se move ao longo do processo;
- contínua, em que a amostra é introduzida num fluido em movimento (no limite a própria amostra) no seio do qual se processa a preparação. A preparação contínua dá origem a 2 tipos de processos.

O 1.º — fluido segmentado por bolhas de ar — não difere nos seus princípios do processo discreto — a análise é levada a cabo em fase homogênea e no equilíbrio. Totalmente diferente é o caso da injeção em fluido. Nesse caso o fluido é contínuo, recebendo a amostra e reagentes sem segmentação. A homogeneização não é evidentemente atingida e as exigências de precisão do equipamento são muito grandes. A rapidez de análise conseguida é no entanto grande. Um exemplo particular de uma preparação da

amostra automatizada é-nos dado pela câmara de grafite (fig. 2):

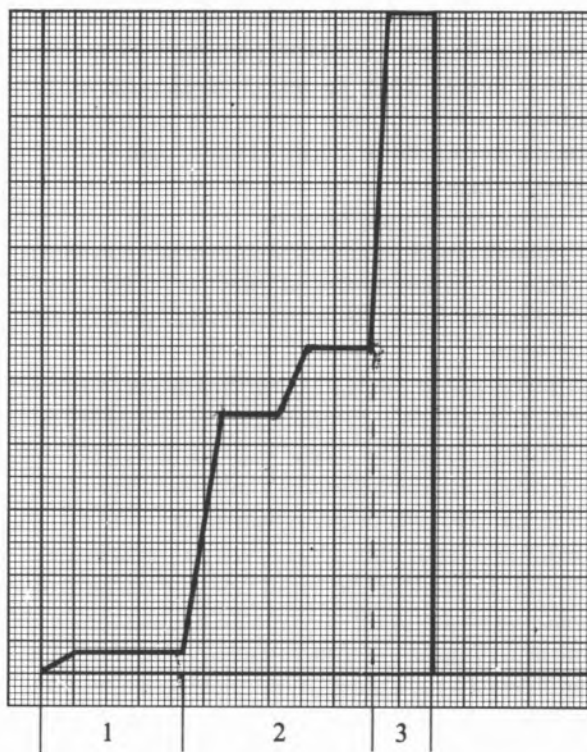


Fig. 2  
Preparação de amostra em câmara de grafite  
1. Secagem; 2. Decomposição; 3. Atomização

Como sabemos, na análise por absorção atômica a amostra é sucessivamente seca, decomposta e atomizada. Enquanto que na chama esses diversos passos se dão simultaneamente e portanto de modo pouco controlável, na câmara de grafite é possível conduzi-los separadamente — Numa 1.ª fase a amostra é seca, numa 2.ª é decomposta libertando-se da matriz e numa 3.ª é atomizada e a concentração do componente de interesse medida. Amostras excepcionalmente complexas podem ser tratadas com mais passos intermédios. A temperatura e duração de cada um dos passos podem ser ajustados a cada tipo de amostra de modo a assegurar os melhores resultados possíveis. Uma vez definido um método de tratamento de amostra o mesmo é metido em memória e repetido automaticamente. Só assim é possível diminuir as interferências e conseguir trabalhar aos baixos níveis de concentração que a câmara de grafite permite.

### 2.3 — *MEDIDAÇÃO DE AMOSTRA. CALIBRAÇÃO*

Só muito raramente os métodos instrumentais de análise nos dão resultados em valores absolutos, sendo geralmente necessário comparar as medidas físicas obtidas com as que nos são dadas por padrões.

Este passo da análise é normalmente composto das seguintes fases:

- Introdução de um branco;
- Introdução de padrões de diversas concentrações e verificação dos valores de medida corrigidos obtidos, ou seja, traçado da curva da calibração;
- Introdução da amostra, verificação do valor de medida obtido e comparação com os padrões.

A automação deste passo é particularmente útil quando se analisam grandes números de amostras e se torna necessário periodicamente verificar ou recalibrar o aparelho. O grau de automação que é possível obter depende tanto do sistema de tratamento de dados como do sistema de introdução da amostra. Vejamos o funcionamento de um espectrofotómetro de absorção atómica com um amostrador automático. Por indicação do amostrador a calibração é efectuada incluindo um branco e até 3 padrões. Cada um pode ser repetido até 9 vezes e o aparelho calcula a média e desvio padrão das repetições, usando essa média para traçar uma curva que se ajuste aos 4 valores determinados, o que permite trabalhar muito fora da zona de linearidade. Subsequentemente, cada amostra pode ser igualmente repetida várias vezes, a sua concentração calculada a partir da curva traçada e a média e desvio padrão das repetições calculados e impressos. Ao longo da análise o branco pode ser reintroduzido e a curva ajustada com um único padrão.

Um caso particular da medição de amostra é a análise qualitativa em que apenas se pretende obter um resultado afirmativo ou negativo. A automação desta decisão leva às técnicas de "reconhecimento de padrão" de que as bibliotecas de espectros computadorizados são exemplo mais conhecido.

### 2.4 — *CONTROLE DOS PARÂMETROS INSTRUMENTAIS*

A automatização completa da análise é grandemente facilitada se for possível alterar as condições do aparelho de modo automático, i.e. sem a intervenção do operador.

As vantagens que assim se conseguem são de 3 tipos:

- em 1.º lugar, e como é óbvio, a possibilidade de ajustar o aparelho e aprontá-lo para a execução da análise sem a presença do operador, permitindo assim um melhor aproveitamento das horas mortas;
- Em 2.º lugar, a possibilidade de evitar o erro humano no ajustamento das condições operacionais, o qual pode por vezes levar ao desperdício de toda uma análise;
- em 3.º lugar, a possibilidade de conseguir ajustamentos de muito maior precisão.

Vejamos o exemplo de um cromatógrafo controlado por computador: uma vez iniciado o programa ajusta as temperaturas do injector, detector e válvulas. Acerta os fluxos de gás portador, a temperatura inicial do forno e programação de temperaturas. Actua em devido tempo nas válvulas. Ao operador resta injectar a amostra.

### 2.5 — *TRATAMENTO DE RESULTADOS*

É no campo de tratamento de dados que a automação tem tido maiores avanços, mais pelas perspectivas que abre do que pelas aplicações já em rotina. A introdução de sistemas de tratamento de dados em tempo real já de si recente sofreu nos últimos dois anos uma explosão caracterizada por 2 tendências:

- a passagem de sistemas dedicados a um único instrumento a sistemas mais flexíveis, baseados por vezes em microcomputadores de baixo preço;
- a passagem de um "software" protegido, "secreto", a um "software" disponível e publicado em quantidades crescentes (este ano aparece a 1.ª revista dedicada exclusivamente às aplicações de computadores em laboratórios).

Estes avanços no domínio da informática deram mesmo origem a uma nova técnica — a espectroscopia de infravermelho de transformada de Fourier — que pôs a análise de traços ao alcance de técnica de infravermelhos e possibilita a sua utilização como detector cromatográfico extremamente específico. Mas não esqueçamos que o grande avanço neste campo foi o dos custos. Um sistema de tratamento de dados incluindo um microcomputador de 64 K, unidades de gravação, impressores, interfaces e "software" para análises cromatográficas pode ser

conseguidos hoje por preços equivalentes aos de um bom integrador há cinco anos.

## 2.6 — RELATÓRIO, DISTRIBUIÇÃO E ARQUIVO

Como nós sabemos um laboratório analítico é, em muitos aspectos também um escritório. Concluída a análise, há que dar seguimento à papelada — preenchimento de boletins, envio de resultados, arquivo de cópias, etc. Com todos os problemas que normalmente ocorrem — resultados mal copiados, cópias extraviadas, resultados dados sem a aproximação correcta e pastas de arquivo acumuladas, aonde é impossível encontrar o único resultado que nos interessa, etc.

Neste campo, as soluções de automação não diferem das que se praticam num escritório — impressão de boletins efectuada sob o comando do computador, substituição do arquivo por discos ou bandas. Com as seguintes adendas — execução dos arredondamentos correctos, verificação e alerta para resultados anómalos — possibilitando a repetição mais pronta da análise —, execução de tratamentos estatístico de resultados e de balanços contabilísticos por tipo de análise, etc.

Se ligado a um rede de terminais os resultados podem mesmo ser impressos directamente no utilizador ou comunicados ainda mais directamente ao seu computador.

## 3 — UMA BREVE REFERÊNCIA AOS ANALISADORES PROCESSUAIS

Já os mencionamos ocasionalmente e ao fazê-lo não pensamos fugir ao âmbito deste painel, já que embora fisicamente afastados do laboratório são instrumentos de controle analítico e não diferem nos seus princípios, nem muitas vezes na sua técnica, dos utilizados no laboratório (Quadro 2).

Um analisador processual é o exemplo mais acabado da análise não assistida já que ele a efectua desde a toma de amostra até à apresentação dos resultados em forma legível pelos utilizadores. A necessidade de trabalhar em ambientes severos e de dar resultados de confiança durante um grande número de análises efectuadas sem assistência, ditam as características desses aparelhos — robustos e simples de funcionamento.

Quadro 2  
Analisadores processuais

Componente analisado	Corrente	Técnica
Hidrocarbonetos	Etileno e Propileno	Cromatografia gasosa
CO e CO <sub>2</sub>	Propileno	Cromatografia gasosa
O <sub>2</sub>	Água	Célula electrolítica
O <sub>2</sub>	Gases	Termomagnética
Etano	Etileno	NDIR
pH	Água	Potenciometria
Silica	Água	Colorimetria
Sódio	Água	Eléctrodo selectivo
H <sub>2</sub>	Água	Condutividade térmica

## 4 — O ELEMENTO HUMANO

Um laboratório moderno, equipado com métodos instrumentais de análise e automatizado quanto baste, exige menos do analista em termos de habilidade “manual”, mas exige muito mais de conhecimentos de análise química. Não esqueçamos que no essencial um computador (e por maioria de razões outros equipamentos menos inteligentes), tem uma memória e capacidade de trabalho notáveis, mas a sua capacidade de raciocínio é a de uma criança de 6 anos. Limita-se a repetir o que lhe ensinaram, “ipsis verbis”.

A função do analista já não será agora tanto a de executar fisicamente a análise, mas a de controlar os resultados desta, a de corrigir a máquina.

E se o analista não tem uma sólida base teórica em que se apoiar, ou se confia demasiado na máquina, o resultado não pode deixar de ser uma má “performance” do laboratório. O que cresce não é a eficiência, mas o ritmo a que fornece resultados errados.

Mas se a formação em análise química é cada vez mais a base, ela necessita de ser complementada com conhecimentos de instrumentação, electrónica e programação. Idealmente mesmo o laboratório deveria ter no seu “staff” um instrumentista especializado em electrónica, e aprvisionar-se com tanto cuidado de circuitos, transistores e material semelhante como de reagentes e material de vidro.

## 5 — O LABORATÓRIO DO FUTURO?

Um computador actua a toma de amostras e envia-as para os instrumentos respectivos, aonde ajusta



os parâmetros instrumentais e realiza a análise. Recebe dos instrumentos os resultados, efectua com eles cálculos, determina as concentrações, verifica os valores anómalos e manda repetir as análises respectivas e envia os resultados assim trabalhados para o cliente, ou seja, a fábrica. Mas como também aí a automação progrediu,

quem os recebe não é um operário mas um computador de processo que interpreta os resultados obtidos e em função deles actua válvulas, vigia temperaturas, aumenta pressões. Este sistema é já realizável (com efeito ele existe já parcialmente, e em funcionamento). Será ele o laboratório industrial do futuro?