

Wallace A. de Oliveira  
 Instituto de Química, UNICAMP  
 CP 6154, 13081, Campinas - SP

Recebido em 20/5/91

The characteristics and the procedures of Process Analytical Chemistry (PAC) are described, including at-line, on-line, in-line and noninvasive analysis. An industrial perspective is also given. The analytical techniques more often used in PAC are discussed, considering both the commercially available analyzers and the publications found in the Chemical Abstracts.

**Keywords:** process analytical chemistry, industrial process control.

## INTRODUÇÃO

No ambiente industrial, é crescente a ênfase que vem sendo dada no sentido de se elevar o nível de competitividade da empresa. Isto demanda a fabricação de produtos de melhor qualidade e a otimização do uso de matéria-prima e energia. Por esta razão, uma atenção maior vem sendo dirigida para tecnologias que possam permitir melhor acompanhamento e controle dos processos industriais.

Por outro lado, é também crescente a conscientização sobre a importância da proteção do meio ambiente - o que vem a exigir da indústria maior controle sobre a natureza dos efluentes industriais.

Estas tendências da indústria moderna vêm despertando maior interesse para a Química Analítica de Processos (QAP). É significativa a atenção que esta área da Química Analítica vem recebendo nos últimos anos, o que se pode constatar pelos artigos de revisão<sup>1,6</sup> e simpósios<sup>7,9</sup> dedicados ao tema. Assim, é oportuno ter-se uma visão das características, desafios e oportunidade da QAP. É o que se procura apresentar neste artigo.

## LABORATÓRIO CENTRAL OU QAP

As análises químicas na indústria podem ser realizadas, em geral, de duas maneiras: em um laboratório central ou junto

ao processo de fabricação. A primeira maneira é a tradicional. Neste caso, as amostras são retiradas de vários pontos da fábrica e são levadas até o laboratório central ou de controle de qualidade, onde são submetidas a tratamento adequado e são analisadas. Os resultados são enviados de volta para o solicitante ou são arquivados para referência futura.

Entretanto, na metodologia usada pela QAP, o sistema analítico é instalado no próprio local da fabricação. Além desta diferença quanto à localização, a QAP se caracteriza por usar técnicas e equipamentos menos versáteis, mais específicos, de elevada confiabilidade - porém mais rústicos e adaptados às condições mais hostis do ambiente de produção. Também, o tempo gasto para a conclusão da análise deve ser pequeno, uma vez que os resultados analíticos muitas vezes são usados imediatamente para controlar ou otimizar o processo de fabricação.

## ESTRATÉGIAS DA QAP

Os procedimentos usados pela QAP podem ser classificados em quatro grupos, que são esquematicamente mostrados na Figura 1.

O primeiro passo em relação à QAP consiste em trazer o equipamento ou sistema analítico para junto da linha de Produção (Fig. 1A). Esta estratégia (análise "at-line") apresenta a vantagem de se dispor de um instrumento exclusivo e oti-

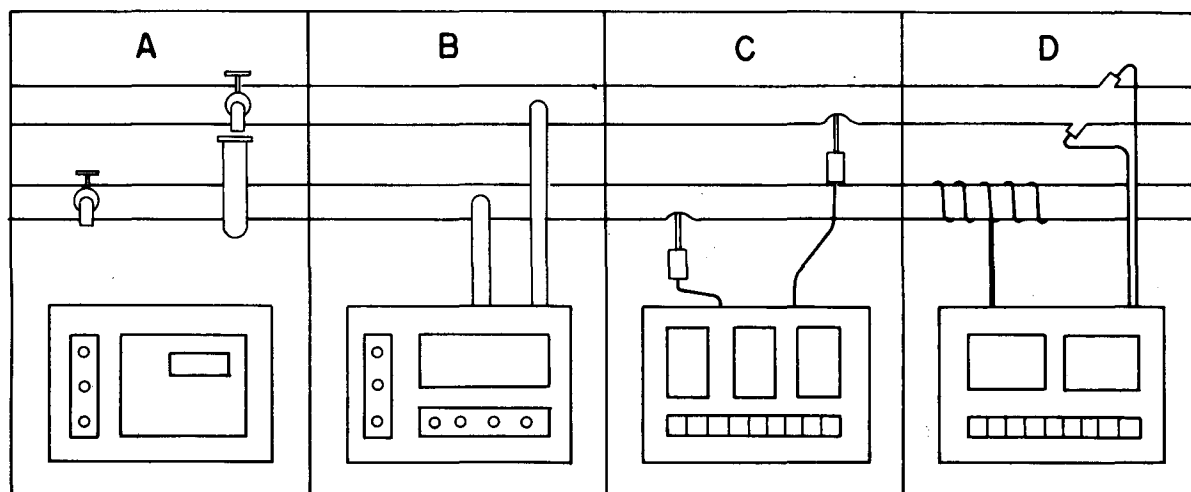


Figura 1. Estratégias da QAP. (A) Equipamento próximo à linha de produção; (B) Amostrador conectando o analisador à linha de produção; (C) Sensor químico introduzido dentro da linha de produção; (D) Sensor na linha de produção, porém sem contato com o material.

mizado para a realização da análise, porém demanda tempo e habilidade analítica por parte do pessoal envolvido no controle do processo.

A segunda estratégia (Fig. 1B) envolve a conexão do sistema analítico diretamente ao processo de fabricação (análise "on-line"). Isto é feito por meio de um amostrador automático, contínuo ou descontínuo, que extrai, condiciona e encaminha a amostra ao equipamento analítico. Esta é, atualmente, a metodologia da QAP mais amplamente usada pela indústria. Sobre esta estratégia, muita informação está disponível<sup>10,14</sup>.

A amostragem é considerada a etapa mais difícil da automação da análise química, em um processo industrial<sup>6,15</sup>. Por esta razão, uma terceira alternativa da QAP (Fig. 1C) consiste em eliminar-se o amostrador, introduzindo-se o sensor químico dentro da linha do processo, em contato direto com o material a ser analisado (análise "in-line"). Não obstante o aspecto atrativo desta estratégia, ele encontra dificuldades devido a problemas com a calibração e com o contato do sensor com substâncias corrosivas. Assim, existe atualmente apenas um número limitado de analisadores deste tipo.

A quarta estratégia da QAP (Fig. 1D) é indicada, em tese, como representando o sistema analítico ideal, com o sensor químico posicionado na linha do processo, porém sem contato físico com a substância a ser analisada (análise "noninvasiva"). Várias técnicas espectroscópicas têm sido sugeridas para a construção de analisadores deste tipo<sup>5</sup>.

## O PONTO DE VISTA DA INDÚSTRIA

Para o químico analítico interessado na QAP é importante ter uma visão do ponto de vista da indústria com relação ao uso de técnicas analíticas para o controle de processos.

A motivação da indústria para investir no controle do processo está ligada a objetivos como: melhorar o uso da matéria-prima e energia, elevar os padrões de segurança, minimizar o impacto junto ao meio ambiente, obter produtos de melhor qualidade. Assim, é necessário que as informações obtidas pela QAP tenham ligação com variáveis dos processos e possam efetivamente contribuir para alcançar os objetivos do controle.

Outro aspecto de interesse da indústria é o relacionamento com os custos. A instalação de analisadores tem que ser claramente justificada em termos da relação custo/benefício e do retorno do capital investido. Procedimentos para a avaliação destes e outros parâmetros tem sido sugeridos<sup>16</sup>.

## TÉCNICAS ANALÍTICAS USADAS NA QAP

A Tabela 1 relaciona as principais técnicas analíticas que constituem o princípio dos analisadores "on-line" comercializados atualmente. A natureza da amostra e a faixa de concentrações são parâmetros que especificam o uso desses instrumentos e são também apresentados na Tabela 1, juntamente com um exemplo de aplicação. Um grande número de companhias<sup>17,18</sup> comercializa esse tipo de equipamento, procurando atender um mercado bastante competitivo e que apresenta um crescimento de cerca de 10% por ano<sup>11</sup>.

Para se ter informação sobre as técnicas analíticas nas quais se concentra o esforço de pesquisa e desenvolvimento atualmente, foi realizado um levantamento no "Chemical Abstracts" (volumes 108-113) de todos os resumos relacionados com a QAP. Nos últimos três anos (1988-1990) foram levantadas 367 publicações. A participação relativa das diferentes técnicas analíticas, neste período, está mostrada esquematicamente na Figura 2. O maior número de publicações refere-se a métodos espectrométricos de análise, notadamente nas faixas do infravermelho, raios X e UV-visível. Na QAP geral (Fig. 2) estão incluídos artigos de revisão, metodologias es-

pecíficas, controle de qualidade e sensores químicos. Em outras técnicas (Fig.2) relaciona-se análise em fluxo contínuo, automação, métodos térmicos e outros assuntos.

Tabela 1. Características dos Analisadores "on-line" Comercialmente Disponíveis.

Técnica	Amostra <sup>1</sup>	Conc. <sup>2</sup>	Ex. aplicação
<b>Espectrometria</b>			
UV - Visível	G,L	E,P	fenol, águas
Infravermelho	G	E,P,T	CO, ar
Espectr. de massa	G	E,P,T	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O, ind. quím.
Reflectância	G	P,T	H <sub>2</sub> S, efl. gas.
Turbidimetria	L	P	contr. ferm.
Fluor. Raios X	L,S	E,P	Metais, ind. sid.
<b>Eletroquímica</b>			
Amperometria	G,L	P,T	O <sub>2</sub> , águas caldeira
Condutometria	L	P,T	Água, ger. vapor
Voltametria	L	P,T	Cu, ind. eletr.
Potenciometria	L	E,P	pH, efluentes liq.
<b>Cromatografia</b>			
Gasosa	G,L	E,P,T	C <sub>n</sub> H <sub>m</sub> , refinarias
Líquida	L	E,P,T	óleos, lubrif.
<b>Outras Técnicas</b>			
Refractrometria	L	E	açúcar, alim.
Cond. térmica	G	E,P	CH <sub>4</sub> , ar
Calorimetria	G	E	gases, combustão
Pressão vapor	L	E,P	gasolina, refin.

<sup>1</sup>G=gasosa; L=líquida; S=sólida

<sup>2</sup>E=elevada; P=pequena; T=traços

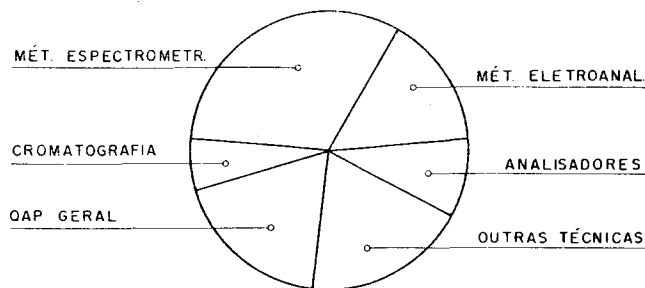


Figura 2. Participação relativa das várias técnicas analíticas no total de publicações relacionadas com a QAP.

Na apreciação das metodologias relevantes para a QAP, duas outras técnicas devem ainda ser citadas, por causa do potencial que possuem para atender as exigentes demandas do controle de processos industriais. A análise em fluxo contínuo<sup>19,20</sup>, conforme avaliação mais recente<sup>8</sup>, vem rapidamente aumentando a sua participação dentro do conjunto de métodos da QAP. A quimioterapia<sup>21</sup>, também, vem sendo indicada como tendo grande capacidade de contribuição para o controle de processos.

## CONCLUSÃO

A implantação dos sistemas analíticos para o controle de processos é atividade multidisciplinar e envolve a interação do químico analítico com engenheiros de processo e outros profissionais. Esta interação com a indústria é bastante benéfica, pois fomenta novas idéias e amplia áreas de conhecimento.

A QAP oferece oportunidades para a pesquisa e o desenvolvimento de novos sensores químicos e metodologias analíticas, que poderão tornar as linhas de produção mais eficientes. Isto poderá resultar na diminuição de rejeitos, efluentes e poluição - com benefícios não só para o setor produtivo mas também para a sociedade em geral.

## REFERÊNCIAS

1. Riebe, M.T.; Eustace, D.J.; *Anal. Chem.* (1990), **62**, 65A.
2. Kowalski, B.R.; *J. Res. Natl. Bur. Stand.* (1988), **93**, 207.
3. Van der Linden, W.E.; De Niet, G.; Bos, M.; *Anal. Chim. Acta* (1989), **216**, 307.
4. Ivaska, A.; *Kem. Kemi* (1988), **15**, 465.
5. Callis, J.B.; Illman, D.L.; Kowalski, B.R.; *Anal. Chem.* (1987), **59**, 624A.
6. Clarke, J.R.P.; *Anal. Proc.* (1988), **25**, 318.
7. Macdonald, A.M.G.; Pardue, H.L.; Townshend, A.; Clerc, J.T.; editores; *Anal. Chim. Acta* (1986), **190**, 1 (todo o volume dedicado ao Anatech'86).
8. Van der Dolder, H.; *Trends Anal. Chem.* (1990) **9**, 209.
9. Pardue, H.L.; Townshend, A.; Clerc, J.T.; Van der Lindem, W.E.; editores; *Anal. Chim. Acta* (1990), **238**, 1 (todo o número dedicado ao Anatech'90).
10. Kehoe, T.J.; *Chem. Eng.* (1969), **76**, 117.
11. Clarke, J.R.P.; *Anal. Proc.* (1985), **22**, 177.
12. Yeh, J.T.Y.; *Chem. Eng.* (1986), **93**, 55.
13. Clarke, J.R.P.; *Anal. Chim. Acta* (1986), **190**, 1.
14. Referência 9, páginas 11, 17, 83, 95, 101, 117, 139, 149, 171 e 177.
15. Carr-Brion, K.G.; *Anal. Chim. Acta* (1990), **238**, 11.
16. Reeves, P.; *Anal. Chim. Acta* (1986), **190**, 45.
17. Chopey, N.P.; editor; "Chemical Engineering Equipment Buyers' Guide", McGraw-Hill Publication, N.Y. (1986).
18. Alves, F.E.; editor; *Quim. Industrial* (1990), **30**, 71.
19. Christian, G.D.; Ruzicka, J.; *Chem. Eng.* (1988), **95**, 57.
20. Bergamin F<sup>2</sup>, H.; Krug, F.J.; Zagatto, E.A.G.; Arruda, E.C.; Coutinho, C.A.; *Anal. Chim. Acta* (1986), **190**, 177.
21. Beebe, K.R.; Kowalski, B.R.; *Anal. Chem.* (1987), **59**, 1007A.

Publicação financiada pela FAPESP