

TÉCNICA DE ANÁLISE DE MATERIAIS EM SUSPENSÃO CARREADOS PELOS CURSOS DE ÁGUA, ADOTADA PELO LABORATÓRIO DE SEDIMENTOMETRIA DO SERVIÇO DE PESQUISAS HIDRAULICAS DO DEPARTAMENTO DE ÁGUAS E ENERGIA ELÉTRICA DO ESTADO DE SÃO PAULO

Eng.º GYLDEVIO AGIDO BACCAGLINI *

Desde 1966 vem o Serviço de Pesquisas Hidráulicas coletando amostras de diversos rios do Estado de São Paulo e procedendo sua análise, inclusive de materiais em suspensão.

Diante do grande número de amostras recebidas diariamente com teores que variam de alguns miligramas a 1 g/l, vimos-nos na contingência de optar por uma técnica expedita, que permitisse a obtenção de resultados suficientemente exatos e precisos para a determinação dessa evidência tecnológica.

Fazendo uma análise dos principais métodos tradicionalmente utilizados, que baseiam-se na filtração ou evaporação, chegamos à conclusão que as técnicas usadas para a sua aplicação, referentes à evaporação ou filtração, secagem e pesagem ao ar, além de exigirem profissionais qualificados, comprometiam sobremaneira, não só a produtividade das análises como a exatidão e precisão das mesmas, mormente em se tratando de amostras com baixo teor de material sólido em suspensão.

Para simplificar as operações e obtermos o máximo em produtividade e repetibilidade dos resultados, adotamos o método clássico da filtração, introduzindo, porém, algumas modificações na técnica operatória geralmente usada.

Assim, optamos pela filtração total da amostra, automática e contínua, através de papel de filtro analítico, com baixa sucção, correspondente à própria coluna de água da haste do funil analítico.

A filtração contínua da amostra se faz adaptando na boca do próprio frasco, que trás a amostra do rio, uma rôlha de borracha com um conduto de vidro de extremidade biselada, que se emborea dentro do filtro, instalado na estante especial de madeira, que pode suportar o próprio frasco com a amostra.



FOTO N.º 1 — Estante de madeira especial para filtração contínua e total das amostras.

Considerando que a quantidade de material existente na amostra é relativamente reduzida, face a área da superfície filtrante, a filtração total se processa em algumas horas, automática e continuamente, a não ser em casos muito excepcionais, quando a amostra é retirada do rio com alguma contaminação, geralmente tran-

* Do Laboratório de Hidráulica da Escola Politécnica da USP — Departamento de Águas e Energia Elétrica.

ENSAIO N.º 1

DATA	CONDIÇÕES AMBIENTE INICIAL E FINAL DURANTE A PESAGEM DOS LOTES	FRASCOS COM TAMPA DE COMPRESSÃO DE PLÁSTICO E GUARNIÇÃO DE BORRACHA DEPOSITADOS NA SALA DE BALANÇAS												AMPLITUDE DO ERRO DAS VARIÁVEIS DIÁRIAS DOS PÊSOS		
		COM ÁCIDO SULFÚRICO D = 1,84				VAZIOS				COM ÁGUA						
	TEMPERATURA °C UMIDADE % PRESSÃO mm Hg															
3/7/70	19,8 72,8 702,0	136,304 6	133,112 9	147,415 6	99,729 7	100,020 4	99,613 4	127,932 6	128,605 8	128,564 2						
		- 1,2mg	-1,2	-1,1	- 1,2	- 1,2	-1,2	- 1,2	- 1,2	-1,2	- 1,3					0,2 mg
4/7/70	18,2 78,6 703,5	136,303 4	133,111 7	147,414 5	99,728 5	100,019 2	99,612 2	127,931 4	128,604 6	128,562 9						
		0,2	0,0	0,1	- 0,2	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,2					0,4
5/7/70	18,0 74,0 706,0	136,303 6	133,111 7	147,414 6	99,728 3	100,019 2	99,612 3	127,931 4	128,604 6	128,563 1						
		1,6	1,7	1,6	1,4	1,5	1,7	1,4	1,8	1,9						0,4
6/7/70	20,3 71,3 697,2	136,305 2	133,113 4	147,416 2	99,729 7	100,020 7	99,614 0	127,932 8	128,606 4	128,564 5						
		-0,1	-0,1	-0,1	0,1	- 0,1	-0,1	- 0,1	-0,3	0,0						0,4
7/7/70	19,0 74,9 694,6	136,305 1	133,113 3	147,416 1	99,729 8	100,020 6	99,613 9	127,932 7	128,606 1	128,564 5						
		0,5	0,4	0,5	0,1	0,2	0,2	0,1	0,3	0,3						0,4
VARIACÃO DO PÊSO APOÓS 4 DIAS																

FICHA DA ANÁLISE DE MATERIAL EM SUSPENSÃO

ANO	SECAGEM E FECHAMENTO DOS FRASCOS								PESAGEM					
	CONDIÇÕES AMBIENTAIS NO INSTANTE DO FECHAMENTO DA ESTUFA			FECHAMENTO DOS FRASCOS NO INTERIOR DA ESTUFA HERMETICAMENTE FECHADA					VARIACÃO DAS CONDIÇÕES DO AMBIENTE DURANTE A PESAGEM					
	Umidade %	Pressão mm Hg	Temperatura °C	INÍCIO		FIM		Tempo Total	Umidade %		Temperatura °C		Pressão mm Hg	
			Hora 0:00 h	Temperatura °C	Temperatura °C	Hora 0:00 h		Início	Fim	Início	Fim	Início	Fim	
BRANCO AMOSTRA	67,0	700,5	26,8 ¹	3:00	42,0 ⁴	42,0 ⁵	3:10	0:10	84,0	82,0	20,0	20,2	699,2	699,0
	65,5	698,4	26,0 ¹	9:00	42,0 ⁴	42,0 ⁵	9:07	0:07	86,0	86,0	21,0	21,0	698,2	698,8
CONDIÇÕES INICIAIS E FINAIS DE TEMPERATURA E TEMPO DE HOMOGENEIZAÇÃO DA ESTUFA			BRANCO AMOSTRA	6:30	43,0 ²	42,0 ³	10:22	3,52	Correção das Amostras em função dos Brancos Desvio médio da média					
			BRANCO AMOSTRA	2:00	43,0 ²	42,0 ³	5:30	3,30	-7,6 mg		0,7 mg			
NÚMERO DA AMOSTRA	Branco		593	594	595	596	597	598	599					
NÚMERO DO PESA - FILTRO	161		162	163	164	165	166	167	168					
PESO BRUTO	96 255 0	101 810 6	97 073 0	88 358 3	99 688 2	96 526 4	96 484 2	99 630 3						
TARA	96 248 9	101 546 5	96 909 6	88 229 3	99 559 8	96 400 2	96 360 2	99 489 0						
RESÍDUO	(+6,1)	264,1	163,4	129,0	128,4	126,2	124,0	141,3						
VOLUME		853,7	896,4	967,1	675,5	948,3	936,4	751,1						
CONCENTRAÇÃO mg/l		300	174	126	179	125	124	178						
A	600	1873	1874	1875	1876	1877	Branco	1878						
Pf	169	170	171	172	173	174	175	176						
Pb	102 047 2	97 677 4	102 402 5	102 317 1	102 287 0	99 058 7	103 301 9	99 605 1						
T	101 926 7	97 581 4	102 306 1	102 189 3	102 151 6	98 918 9	103 293 9	99 466 4						
R	120,5	96,0	96,4	127,8	135,4	139,8	(+8,0)	138,7						
V	690,7	671,6	619,3	723,5	817,5	761,8		552,1						
C	163	132	143	166	156	174		237						
A	1879	1880	1881	1882	541	542	543	544						
Pf	1777	178	179	180	181	182	183	184						
Pb	97 733 6	98 111 4	93 486 3	102 573 8	102 275 0	99 595 6	96 340 3	100 116 2						
T	97 561 3	97 962 1	93 400 6	102 421 2	102 180 0	99 471 9	96 179 3	99 976 4						
R	172,3	149,3	85,7	152,6	95,0	123,7	161,0	139,8						
V	520,4	282,9	500,6	751,1	539,3	778,2	275,8	685,6						
C	327	500	362	193	162	112	556	193						
A	545	546	547	548	549	Branco	550	613						
Pf	185	186	187	188	189	190	191	192						
Pb	97 045 5	93 264 2	99 006 0	96 188 0	95 443 4	95 563 2	102 914 7	101 216 4						
T	96 908 6	93 095 5	98 794 9	94 629 3	95 305 8	95 555 3	102 794 0	100 956 0						
R	136,9	168,7	211,1	1558,7	137,6	(+7,9)	120,7	260,4						
V	672,7	671,0	837,1	532,9	823,0		669,1	965,9						
C	192	240	243	2966	158		169,	262						
A	614	615	616	617	618	619	620	Branco						
Pf	193	194	195	196	197	198	199	200						
Pb	95 659 6	94 102 5	99 931 5	95 767 7	93 644 3	97 929 1	93 713 7	95 273 2						
T	94 851 0	93 802 8	98 311 7	95 309 7	93 406 9	97 741 9	93 500 0	95 265 1						
R	808,6	299,7	1619,8	458,0	237,4	187,2	213,7	(+ 8,1)						
V	951,0	980,0	972,6	934,7	842,0	905,8	975,7							
C	842	298	1668	482	273	198	211							

CÁLCULO E OBSERVAÇÕES

DATA	ZONA	PREFIXO	Conc. Média mg/l	Vazão Líquido m ³ /h	Vazão Sólida t/h	LEITURA DA RÉGUA		DATA DA ANÁLISE
						Início	Fim	
	7-A	3D4-5					 / / 19.....
	7-B	5B4-5						
	7-B	5B4-5						
	7-A	3D4-5						
	7-B	5B7-5						
	7-A	3D4-5						
	7-A	3D4-5						

NÚMERO DA AMOSTRA	621	622	623	624	97	98	99	100
NÚMERO DO PESA - FILTRO	201	202	203	204	205	206	207	208
PESO BRUTO	98 717 4	97 449 0	98 699 0	97 195 0	93 414 2	95 130 7	95 944 8	95 407 8
TARA	98 489 5	97 239 4	98 486 5	97 037 1	93 282 6	95 041 6	95 877 0	95 326 3
RESÍDUO	227,9	209,6	212,5	157,9	131,6	89,1	67,8	81,5
VOLUME	982,8	961,6	971,4	798,2	974,7	967,3	889,3	969,6
CONCENTRAÇÃO mg/l	224	210	211	188	127	843	68	76
A	101	Branco	102	103	104	105	106	107
Pf	209	210	211	212	213	214	215	216
Pb	99 576 2	98 295 5	94 298 7	97 817 5	94 787 6	99 667 6	99 237 2	99 194 4
T	99 471 8	98 287 8	93 786 8	97 489 3	94 547 4	99 464 2	99 095 2	98 793 3
R	104,4	(+ 7,7)	511,9	328,2	240,2	203,4	142,0	401,1
V	967,6		936,9	920,3	884,7	821,4	790,0	955,3
C	100		538	348	263	238	170	307
A	108	565	566	567	568	569	570	571
Pf	217	218	219	220	221	222	223	224
Pb	98 550 6	95 293 4	96 545 8	98 619 8	98 276 0	96 858 4	97 095 4	96 986 1
T	98 360 7	95 195 4	96 404 6	98 452 0	98 194 9	96 743 1	96 848 4	96 858 8
R	189,9	98,0	141,2	157,8	81,1	115,3	247,0	127,3
V	907,6	920,9	700,9	731,4	653,9	973,0	737,2	766,6
C	201	98	190	219	112	110	325	156
A	Branco	572	573	574	575	576	1813	1814
Pf	225	226	227	228	229	230	231	232
Pb	99 864 2	98 739 5	99 762 0	92 902 4	95 417 3	98 062 6	96 930 4	98 132 1
T	99 857 0	98 459 4	99 571 2	92 786 4	95 257 1	97 895 8	96 811 0	98 015 6
R	(+ 7,2)	280,1	190,8	116,0	160,2	166,8	119,4	116,5
V		684,4	934,8	690,3	856,7	762,8	661,9	698,1
C		398	196	157	178	209	169	156
A	1815	1816	1817	1818	1819	1820	Branco	
Pf	233	234	235	236	237	238	239	240
Pb	101 901 0	101 361 1	99 188 1	94 655 1	97 172 7	99 397 4	94 797 4	
T	101 767 9	101 227 5	99 034 3	94 500 0	97 048 2	99 214 3	94 789 1	
R	133,1	133,6	153,8	155,1	124,5	183,1	(+8,3)	
V	683,2	803,8	778,4	787,5	754,8	876,2		
C	184	157	188	187	155	200		

ENSAIO Nº 2

FICHA DA ANÁLISE DE MATERIAL EM SUSPENSÃO

ANO	SECAGEM E FECHAMENTO DOS FRASCOS								PESAGEM					
	CONDIÇÕES AMBIENTES NO INSTANTE DO FECHAMENTO DA ESTUFA			FECHAMENTO DOS FRASCOS NO INTERIOR DA ESTUFA HERMETICAMENTE FECHADA					VARIACÃO DAS CONDIÇÕES DO AMBIENTE DURANTE A PESAGEM					
	Umidade	Pressão	Temperatura	INÍCIO		FIM			Tempo	Umidade %		Temperatura °C		Pressão mm Hg
"	mm Hg	°C	Hora 0:00 h	Temperatura °C	Temperatura °C	Hora 0:00 h	Tempo Total	Início	Fim	Início	Fim	Início	Fim	
BRANCO	55,5	700,8	26,4	13:57	43,5	43,4	14:03	0:06	82,7	83,0	18,8	18,9	700,8	701,0
AMOSTRA	57,3	702,3	26,7	14:20	43,1	43,1	14:30	0:10	76,0	75,6	19,8	19,6	702,0	701,8
CONDIÇÕES INICIAIS E FINAIS DE TEMPERATURA E TEMPO DE HOMOGENEIZAÇÃO DA ESTUFA			BRANCO	7:00	44,0	43,5	13:57	6:57	Correção das Amostras em função dos Brancos				Desvio médio da média	
			AMOSTRA	8:15	44,0	43,1	14:20	6:05	= 2,6 mg				0,9 mg	
NÚMERO DA AMOSTRA	1	2	3	4	5	6	7	8						
Pesos da 2ª Preparação	103 428 5	101 144 8	94 953 7	97 256 8	94 481 6	96 675 8	102 799 3	95 199 7						
Pesos da 1ª Preparação	103 424 5	101 141 7	94 950 6	97 254 0	94 479 4	96 673 6	102 795 7	95 196 8						
Desvios	+ 4,0	3,1	3,1	2,8	2,2	2,2	3,6	2,9						
Desvios da Média	1,4	0,5	0,5	0,2	0,4	0,4	1,0	0,3						
NÚMERO DA AMOSTRA	9	10	11	12	13	14	15	16						
Pesos da 2ª Preparação	97 561 5	97 643 8	98 345 2	96 716 3	98 096 7	99 396 0	102 669 3	99 555 6						
Pesos da 1ª Preparação	97 559 3	97 642 5	98 341 2	96 713 5	98 095 1	99 394 5	102 668 6	99 553 4						
Desvios	2,2	1,3	4,0	2,8	1,6	1,5	0,7	2,2						
Desvios da Média	0,4	1,3	1,4	0,2	1,0	1,1	1,9	0,4						
NÚMERO DA AMOSTRA	17	18	19	20	21	22	23	24						
Pesos da 2ª Preparação	96 102 2	100 119 5	101 498 3	99 544 5	98 572 2	97 045 0	100 902 7	99 014 4						
Pesos da 1ª Preparação	96 097 9	100 118 9	101 495 8	99 542 8	98 572 0	97 041 6	100 898 5	99 012 3						
Desvios	4,3	0,6	2,7	1,7	0,2	3,4	4,2	2,1						
Desvios da Média	1,7	2,0	0,1	0,9	2,4	0,8	1,6	0,5						
NÚMERO DA AMOSTRA	25	26	27	28	29	30	31	32						
Pesos da 2ª Preparação	102 739 8	100 646 8	98 768 0	98 057 0	97 376 5	98 771 7	99 583 0	100 536 2						
Pesos da 1ª Preparação	102 736 6	100 644 5	98 776 7	98 055 2	97 374 3	98 767 9	99 578 3	100 534 3						
Desvios	3,2	2,3	1,3	1,8	2,2	3,8	4,7	1,9						
Desvios da Média	0,6	0,3	1,3	0,8	0,4	1,2	2,1	0,7						
NÚMERO DA AMOSTRA	33	34	35	36	37	38	39	40						
Pesos da 2ª Preparação	96 936 1	95 137 3	97 491 8	94 040 2	100 062 2	98 146 7	95 747 5	96 969 2						
Pesos da 1ª Preparação	96 933 0	95 133 6	97 488 7	94 040 1	100 059 2	98 145 8	95 747 1	96 967 6						
Desvios	3,1	3,7	3,1	(0,1)	3,0	0,9	0,4	1,6						
Desvios da Média	0,5	1,1	0,5	2,5	0,4	1,7	2,2	1,0						

CÁLCULO E OBSERVAÇÕES

DATA	ZONA	PREFIXO	Conc. Média mg/l	Vazão Líq- da m³/s	Vazão Sólida t/h	LEITURA DA RÉGUA Início	Fin	DATA DA ANÁLISE
							 / / 19.....

NÚMERO DA AMOSTRA	41	42	43	44	45	46	47	48
Peso da 2ª Preparação	95 612 4	98 394 2	101 621 5	98 336 4	94 947 3	99 504 8	101 388 4	92 914 3
Peso da 1ª Preparação	95 610 6	98 391 7	101 618 0	98 334 2	94 943 3	99 502 2	101 386 3	92 910 2
Desvios	1,8	2,5	3,5	2,2	4,0	2,6	2,1	4,1
Desvios da Média	0,8	0,1	0,9	0,4	1,4	0,0	0,5	1,5

NÚMERO DA AMOSTRA	49	50	51	52	53	54	55	56
Peso da 2ª Preparação	93 204 5	101 480 6	97 905 0	99 970 8	94 665 7	96 415 5	97 816 7	97 881 2
Peso da 1ª Preparação	93 203 3	101 476 2	97 900 5	99 965 5	94 662 5	96 412 9	97 813 1	97 876 5
Desvios	1,2	4,4	4,5	(5,3)	3,2	2,6	2,6	4,7
Desvios da Média	1,4	1,8	1,9	2,7	0,6	0,0	0,0	2,1

NÚMERO DA AMOSTRA	57	58	59	60	61	62	63	64
Peso da 2ª Preparação	95 340 4	95 598 1	97 472 6	94 370 1	93 152 0	98 229 7	95 697 6	94 200 0
Peso da 1ª Preparação	95 338 8	95 593 2	97 469 1	94 366 6	93 156 7	98 228 4	95 696 2	94 197 6
Desvios	1,6	4,9	3,5	3,5	5,3	1,3	1,4	2,4
Desvios da Média	1,0	1,3	0,9	0,9	2,7	1,3	1,2	0,2

NÚMERO DA AMOSTRA	65	66	67	68	69	70	71	72
Peso da 2ª Preparação	98 621 4	101 819 0	98 747 7	98 632 8	99 716 8	97 030 1	95 569 8	98 129 1
Peso da 1ª Preparação	98 617 9	101 805 8	98 745 1	98 628 1	99 715 5	97 028 2	95 564 8	98 127 4
Desvios	3,5	3,2	2,6	4,7	1,3	1,9	5,0	1,7
Desvios da Média	0,9	0,6	0,0	2,1	1,2	0,7	2,4	0,9

NÚMERO DA AMOSTRA	73	74	75	76	77	78	79	80
Peso da 2ª Preparação	96 670 2	95 213 5	101 473 5	100 676 3	95 234 0	99 703 8	99 353 2	95 029 1
Peso da 1ª Preparação	96 688 5	95 211 5	101 470 7	100 674 6	95 251 7	99 701 8	99 350 8	95 027 0
Desvios	1,7	2,0	2,8	1,7	2,3	2,0	2,4	2,1
Desvios da Média	0,9	0,6	0,2	0,9	0,3	0,6	0,2	0,5

sitória, para a qual à própria análise não teria significado.

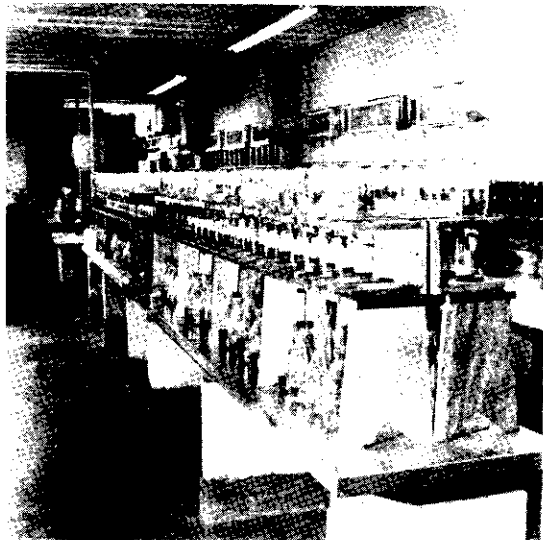


FOTO N.º 2 — Estante de madeira para filtração de 80 amostras. Filtros de pano instalado nas janelas do Laboratório evitam à contaminação.

A lavagem final do frasco, que continha a amostra, é feita com o auxílio de um jato fino de álcool 99,8% para a remoção de todo o material adsorvido pelas paredes do frasco, o que seria impossível pela simples lavagem com água destilada. (Foto n.º 3).



FOTO N.º 3 — Lavagem final do frasco com bico lavador de ponta recurvada.

Uma vez terminada a filtração, o papel de filtro é abandonado no próprio funil até o dia seguinte, quando estará seco e solto, em forma cônica rígida e permanente, possibilitando então

o seu manuseio sem afetar a sua integridade física. (Foto n.º 4)



FOTO N.º 4 — Carrinho próprio para preparar papéis de filtros, com duas bandejas com capacidade de 40 funis.

O papel de filtro assim pré-secado, nas condições ambientes é acondicionado convenientemente em frasco especial de vidro e acompanhado com sua respectiva tampa é levado à estufa para a secagem. (Foto n.º 5).

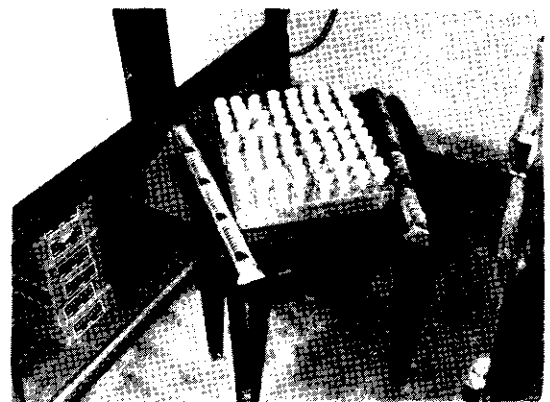


FOTO N.º 5 — Um lote de 80 papéis de filtros convenientemente acondicionados em frasco na bandeja de alumínio. — 80 tampas, correspondentes aos frascos, acondicionados em estôjos.

Sabendo que a fonte principal de erros, que afetam a exatidão e precisão dos resultados das análises químicas provém, de maneira genérica,

da temperatura e tempo de secagem, da técnica da retirada do material da estufa e da sua pesagem, concluímos, que as técnicas postas em prática deverão preencher características próprias para cada caso com a finalidade de não ultrapassar o limite imposto pelo erro permitido.

Logo, diante das quantidades reduzidas e características próprias dos materiais que se apresentam nesse tipo de trabalhos, foi adotada a temperatura de 45°C durante 19 horas, o que permite levar a substância a um grau de secagem perfeitamente definido e invariável, favorecendo muito a repetibilidade dos resultados das análises e a própria manipulação durante os trabalhos com a estufa.

A técnica posta em prática para evitar os erros decorrentes da retirada do material da estufa, do armazenamento em dissecadores para o resfriamento e homogeneização da temperatura e, finalmente da pesagem do material exposto ao tempo, baseia-se fundamentalmente no acondicionamento dos papéis de filtros, contendo o resíduo ou não, em frascos de vidro, que são fechados hermêticamente com tampas de plástico, quando secos, dentro da própria estufa, ao abrigo do contato com a atmosfera exterior, o que se faz com o auxílio de luvas cirúrgicas com mangas de plásticos instaladas na janela da mesma. (Foto n.º 6).



FOTO N.º 6 — Particularidade da estufa que permite o fechamento dos frascos que contêm os papéis de filtro, ao abrigo do ar sem variação da temperatura interna.

Esta técnica nos oferece a possibilidade de pesar uma substância higroscópica como se fora de peso definido, permitindo a obtenção de re-

sultados com o máximo de exatidão e precisão. Pois, o peso do papel de filtro, preparado ou com resíduo, corresponderá exatamente ao do instante final de secagem, devido à invariabilidade das condições internas da estufa durante o acondicionamento do mesmo em frasco hermêticamente fechado.

É importante anotar que é imprescindível, para assegurar a exatidão e precisão que essa técnica nos proporciona, usar balança analítica calibrada com a devida exatidão, aplicando a técnica de pesagem própria para o caso.

Os frascos usados para esse tipo de trabalho com tampa de compressão de plástico, onde adaptamos uma guarnição de borracha, são encontrados facilmente no comércio, porém, devem ser à base de boro-silicato para evitar variação de peso devido à higroscopicidade do próprio frasco, dentro dos limites normais de variação das condições ambientes. (Foto n.º 7).

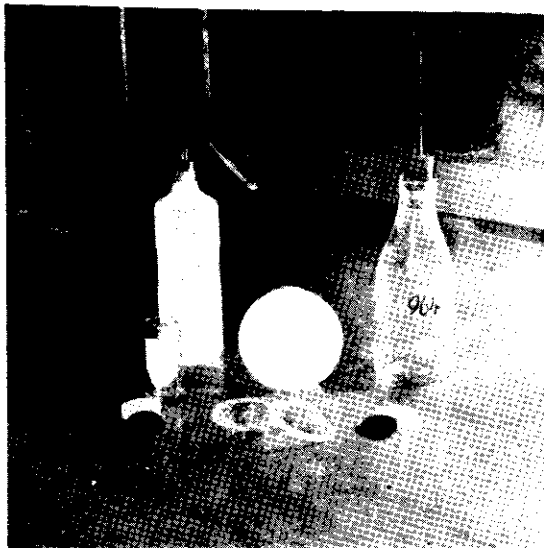


FOTO N.º 7 — Frasco de vidro de boro-silicato com tampa de compressão de plástico e guarnição de borracha. — Frasco para lavagem com ponta recurvada. — Papel de filtro analítico de diâmetro de 12,5 cm. — Frasco de vidro de 1 l, para amostragem com bocal para filtragem, tampa de plástico de compressão e guarnição de borracha.

A seguir, apresentamos o resultado do Ensaio n.º 1, que foi feito para constatar a variabilidade do peso dos frascos em função das condições ambiente de temperatura, umidade e pressão.

Para esse ensaio foram preparados três lotes de três frascos cada, contendo cada frasco do primeiro lote, cerca de 20 ml de Ácido Sulfúrico de densidade 1,84, um segundo lote de frascos vazios e finalmente, o último, com 20 ml de

água. Todos os frascos correspondentes aos três lotes foram fechados hermêticamente com tampa de plástico de compressão e guarnição de borracha, abandonados na Sala de Balanças, pesando-os diariamente, registrando as condições ambientais inicial e final das pesagens.

Diante dos resultados obtidos somos induzidos a afirmar que todos os frascos estão hermêticamente fechados, porque, apesar das condições internas de sucção e compressão, correspondentes respectivamente aos lotes contendo Ácido Sulfúrico e Água, serem intensas, a variação de peso dos frascos é a mesma de um dia para o outro.

A variabilidade de peso de um frasco de vidro, no caso de ser de boro-silicato, é função das variações do empuxo havidas durante a pesagem, decorrentes das oscilações das condições ambiente de temperatura, umidade e pressão.

Concluimos também, que a influência das variações das condições atmosféricas num curto lapso de tempo necessário para a pesagem de todos os frascos, correspondentes aos três lotes, apresenta uma amplitude de erro desprezível $\leq 0,4$ ml, que não afeta os resultados. Contudo, se o tempo entre as pesagens for longo, de alguns dias, caso do Ensaio n.º 1, o erro pode atingir valores maiores, 3,2 mg.

Sabendo-se então que uma análise exige duas pesagens, espaçadas de alguns dias, uma correspondente ao frasco com papel de filtro preparado e outra, do mesmo frasco, com papel de filtro preparado e resíduo, necessário se faz conhecer a variação sofrida pelo frasco entre as duas pesagens para fazer a correção do peso, o que se obtém através da pesagem de amostras em branco, retiradas do próprio lote a analisar, conforme pode-se observar na «Ficha de Análise» anexa, que corresponde a uma análise de rotina de 80 amostras executada por esse Laboratório.

No intuito de avaliar o erro cometido na correção, aplicando a técnica que acabamos de expor, foi feito o Ensaio n.º 2, (página 10), com 80 amostras, que constituem o lote mais apropriado na prática para esses trabalhos.

Os 80 papéis de filtros foram preparados duas vezes cada, submetendo-os assim a filtrações, secagens e pesagens, expondo-o dessa maneira às mesmas condições de tratamento que seriam submetidos durante a análise propriamente dita de um lote.

Do ponto de vista estatístico não seriam necessárias tantas amostras para calcular o erro

da média, contudo se tomássemos uma amostra representativa do lote, o tempo para pesagem das mesmas seria curto e não poderíamos dessa maneira saber da influência das oscilações das condições ambientes para um tempo longo, como acontece quando fazemos a análise de um lote de 80 amostras, cujo tempo de pesagem prática é da ordem de 1:30 hora.

Analisando os resultados obtidos com o Ensaio n.º 2, supondo que os dados correspondessem à análise de um lote de 80 amostras, o que é correto, porque os papéis de filtro foram submetidos a condições rigorosamente iguais às de uma análise na prática, concluiremos que a correção necessária será a média aritmética dos desvios da média, 2,6 mg, afetada de sinal contrário, negativo no caso, pois houve um aumento dos pesos da primeira para a segunda preparação dos papéis de filtros.

Outrossim, processando os dados obtidos, podemos concluir que os resultados das análises estão dentro de uma faixa de variação de apenas 1,08 mg da média com um grau de confiança de 99,9% que demonstra a alta precisão da nova técnica.

CONCLUSÃO

Diante do exposto acreditamos poder afirmar que existe na técnica apresentada algumas características interessantes para quem se dedica a esse tipo de trabalhos.

- 1.ª) A exatidão é máxima em virtude da substância atingir um ponto de secagem perfeitamente definido e estável na estufa, que é mantido até o instante final de sua pesagem, completamente ao abrigo de fatores intervenientes de qualquer espécie, correspondendo seu peso exatamente àquele que apresentava no instante final da secagem, restando ao operador garantir somente a exatidão das filtrações e pesagens, adotando técnica e instrumentos próprios, devidamente calibrados.
- 2.ª) A precisão da nova técnica inspira alto grau de confiança.
- 3.ª) A técnica que acabamos de expor apresenta a possibilidade de sistematizar um roteiro diário de trabalhos de grande produtividade de análises, com facilidade e segurança operatórias, que pode ser executado por leigos com algum tempo de execução.

ANDAMENTO DOS TRABALHOS ROTINEIROS DURANTE A DETERMINAÇÃO DE MATERIAIS EM SUSPENSÃO DE AMOSTRAS DE CURSOS DE ÁGUA

Quando é necessário determinar diariamente o Material em Suspensão em grande número de amostras é aconselhável agrupá-las em lotes de 80, para facilitar os trabalhos e o andamento das operações seguem um roteiro que a experiência ensinou.

Os trabalhos têm início com o fechamento hermético da estufa, que contém os lotes de papéis de filtros preparados e papéis de filtro com resíduos já com 19 horas de secagem, que perdurará ainda durante 4 horas para homogeneização da temperatura, registrando na «Ficha de Análise» as condições ambiente e temperatura interna da mesma.

Considerando que os frascos com amostras, que constituem o lote do dia a ser filtrado, já se encontram distribuídos nas estantes de filtração automática com seus respectivos bocais desde o dia anterior, o início da filtração se fará sem perda de tempo emborcando-as cautelosamente dentro dos filtros adrede preparados, devendo o operador regular os bocais ou repassar o filtrado quando necessário. Ainda no período da manhã terminará a filtração, tendo início a lavagem dos frascos com água e posteriormente com álcool 99,8%, prolongando-se esta operação até as primeiras horas da tarde.

Os filtros com os respectivos resíduos permanecerão nas estantes até o dia seguinte ao abrigo de poeiras, tempo suficiente para a perfeita secagem ao ar que favorece o destacamento espontâneo dos papéis de filtros dos funis, conservando a forma cônica rigidamente, permitindo o seu manuseio sem prejudicar a sua integridade física.

Os frascos lavados com álcool 99,8% completamente limpos são abandonados emborcados na mesa onde permanecerão até o dia seguinte, quando estarão secos, então serão pesados para a avaliação do volume da amostra por diferença.

Concomitantemente, com o início da filtração, outro operador, fará a pesagem dos lotes de papéis de filtros preparados e com resíduo acondicionado nos frascos próprios, retirados da estufa no dia anterior, registrando as condições ambiente inicial e final da pesagem de cada lote na «Ficha de Análise».

Ao mesmo tempo que tem início a filtração e pesagem, outros dois operadores, retiram os lotes de papéis de filtros já secos dos funis, que se encontram na estante desde o dia anterior, acondicionando-os convenientemente em seus respectivos frascos, colocando-os a seguir na bandeja de alumínio, que juntamente com os estojos, que contêm as tampas, são transportados à Sala de Estufas, onde aguardarão a hora própria para serem introduzidas na estufa, o que será feito ainda no período da manhã.

Os dois operadores que acabam de acondicionar os papéis de filtros, retiram agora os frascos limpos e secos, que se encontram desde o dia anterior na mesa, pesando-os para a determinação do volume da amostra por diferença.

Agora, prestes a terminar o período da manhã, são retirados da estufa os lotes de papéis de filtros devidamente acondicionados em frascos hermeticamente fechados ao abrigo das condições ambientes, registrando na «Ficha de Análise» as temperaturas internas e tempos iniciais e finais do fechamento dos frascos, iniciando-se nesse instante a secagem de novos lotes.

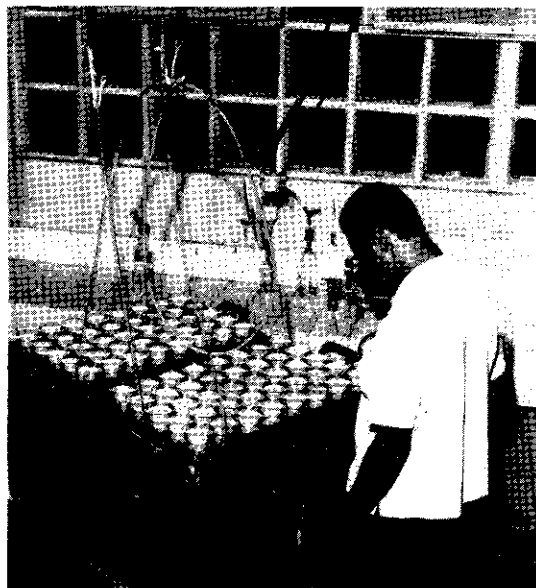


FOTO N.º 8 — Preparo de um lote de papéis de filtros em carrinho especial. — Filtros de panos instalados nas janelas para evitar contaminações de poeira. — Sistema de lavagem com água e álcool por gravidade.

No início da tarde faz-se a preparação dos papéis de filtro, que consiste no dobramento dos mesmos, distribuição em funis analíticos, instalados em bandejas próprias, preparação propriamente dita do filtro com água seguida de tripla lavagem com álcool 99,8%, foto n.º 8, transportando os filtros assim preparados à Sala das Estufas, onde permanecerão até o dia seguinte, quando espontaneamente os papéis de filtros se destacarão dos funis pela pré secagem à temperatura ambiente.

Terminando a filtração das amostras iniciam-se os preparativos para os trabalhos do dia seguinte, que se reduzem à escolha de novos lotes de amostras, que serão pesadas para posterior avaliação do volume e, finalmente, distribuição das mesmas nas estantes de filtração com seus bocais, acompanhados dos respectivos papéis de filtros e funis.

Assim, as análises dos lotes estão sempre em andamento chegando ao fim do dia com tudo preparado para os trabalhos do dia seguinte.