

CONSÓRCIO LOOP – O2 – LaGEn UNIVERSIDADE FEDERAL FLUMINENSE



Protocolo LAB N° 012 - 11 REV 01 Filtração Amostras do Fundeio – Alíquota B - Metais

1.OBJETIVO

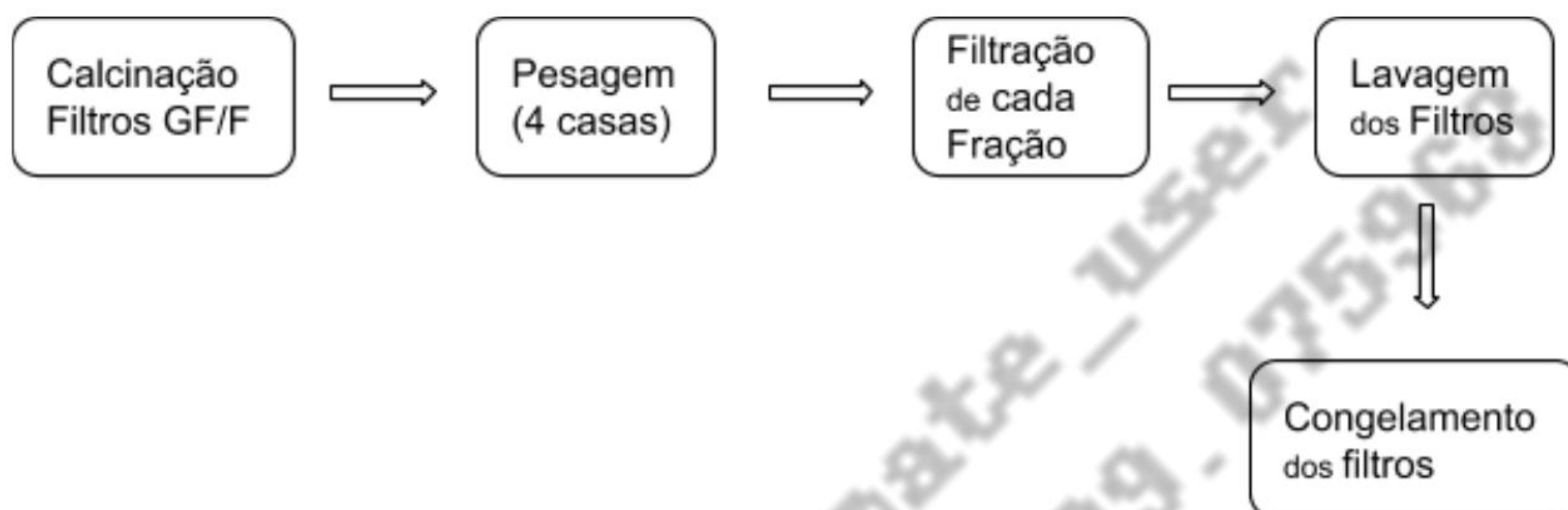
Filtração da alíquota B das amostras do fundeio para análise de metais.

2.MATERIAIS & EQUIPAMENTOS

Materiais & Reagentes	Equipamentos
<ul style="list-style-type: none">• Água ultra-pura (Tipo I, Milli-Q)• Filtros celulose 0.45 µm, 25 mm DI (previamente lavados e pesados)• Porta-filtros ou vidros de relógio• Pinças metálicas revestidas com parafilm• Kit de filtração de plástico• Proveta de 50 mL• Pissete com água ultra-pura	<ul style="list-style-type: none">• Balança analítica de 4 casas decimais• Bomba de vácuo (com extensão e Benjamin)

Elaborado por: Whertz Sales	e-mail do elaborador: sem e-mail	Revisor: Lívia Gebara	Última Revisão: 16/03/2013 n° da REV 01	Página: 1
--------------------------------	-------------------------------------	--------------------------	--	-----------

3.FLUXOGRAMA DE TRABALHO



4.PROCEDIMENTOS

- I. Previamente a utilização do material, procede-se a descontaminação deste, segundo Protocolo Lab nº 01-11.
- II. Filtros de acetato de celulose (0,45 µm de porosidade, 25 mm diâmetro) em quantidade calculada para o número de alíquotas a serem filtradas (total de 24), com uma margem de excesso para o caso de alguma amostra requerer mais de 1 filtro, são lavados com água Milli-Q e seco dentro de um dessecador com sílica aquecida.
- III. Os filtros são então pesados, um a um, em balança analítica de precisão de quatro casas decimais, anotando-se cada peso em planilha específica. Os filtros limpos são armazenados devidamente identificados em caixas secas.
- IV. As amostras a serem filtradas devem estar FRIAS, evitando estabilizar a temperatura ambiente.

Elaborado por: Whertz Sales	e-mail do elaborador: sem e-mail	Revisor: Lívia Gebara	Última Revisão: 16/03/2013 nº da REV 01	Página: 2
--------------------------------	-------------------------------------	--------------------------	--	-----------

- V. Montar o kit de filtração conectando as mangueiras à bomba e ligando a mangueira aos kits segundo o Protocolo Lab n° 07-12.
- VI. Para a alíquota B utiliza-se o kit de filtração de vidro com o adaptador de acrílico de 25mm de diâmetro de deposição. Atenção: a descontaminação do adaptador é somente com ácido e água ultra-pura e lavado com água e rinsado com água ultra-pura entre as amostras.
- VII. Umedecer com água ultra-pura a base do kit onde vai ser colocado o filtro e colocá-lo no meio da base.
- VIII. Anotar o número do filtro usado na amostra correspondente na planilha específica.
- IX. Ligar a bomba para criar um vácuo leve e fixar o filtro.
- X. Acoplar o copo de filtração e o adaptador de acrílico.
- XI. Umedecer o filtro com pouca água ultra-pura e criar de novo um vácuo durante um curto período de tempo.
- XII. Colocar a amostra na proveta, anotando os volumes.
- XIII. Adicionar lentamente o conteúdo da amostra sobre o filtro.
- XIV. No caso de ter muito material e o filtro colmatar antes de acabar a alíquota, deve-se utilizar mais filtros, repetindo as mesmas etapas.
- XV. Para rinsar a garrafa e o kit, usar a própria água da amostra obtida após filtração.
- XVI. Adicionar a água filtrada na garrafa, depois colocar de novo a parte inferior do kit e depois rinsar as paredes da parte superior do kit.
- XVII. Lavar os filtros com água ultra-pura a fim de diminuir a salinidade inicial de 70 das amostras até salinidade constante, assim como diminuir o conteúdo de preservante que possa interferir com as análises de carbono.
- XVIII. Desligar a bomba de vácuo e retirar o filtro fixando ele com pinça plana cuidadosamente na borda do filtro que ficou sem material.

Elaborado por: Whertz Sales	e-mail do elaborador: sem e-mail	Revisor: Livia Gebara	Última Revisão: 16/03/2013 n° da REV 01	Página: 3
--------------------------------	-------------------------------------	--------------------------	--	-----------

XIX. Lavagem de salinidade e clorofórmio:

XX. O objetivo desta lavagem é padronizar o volume de água necessário para diminuir a salinidade inicial de 70PSU das amostras até salinidade 0, assim como diminuir o conteúdo de clorofórmio que possa interferir com as análises de carbono.

- A. Medir a salinidade inicial (S1) da amostra filtrada usando o refratômetro.
- B. Lavar a amostra com 50 mL de água (V1) ultra-pura e verificar a diminuição da salinidade com o refratômetro e anotar o valor da salinidade (S2). Descartar a água de lavagem.
- C. Lavar de novo a amostra com 50 mL (V2) de água ultra-pura e verificar a salinidade com o refratômetro (S3).
- D. Repetir até a salinidade ficar constante ou próxima de zero. Somar o volume de água utilizado na lavagem.
- E. Esta lavagem se faz com três amostras diferentes e se toma um valor médio do volume total utilizado nos três testes, para assim ser estabelecido um determinado volume padrão de lavagem para todos os filtros.
- F. Armazenar os filtros em porta-filtro e congelá-los.

5. TROUBLESHOOTING (SOLUÇÃO DE PROBLEMAS)

Indeterminado.

Elaborado por: Whertz Sales	e-mail do elaborador: sem e-mail	Revisor: Livia Gebara	Última Revisão: 16/03/2013 n° da REV 01	Página: 4
--------------------------------	-------------------------------------	--------------------------	--	-----------

6.REFERÊNCIAS

Adaptado de Grashoff, K.; Kremling, K.; Ehrhardt, M. Methods of seawater analysis. 3ª ed. Weinheim: Wiley-VCH. 1999, p.438-440.

7.HISTÓRICO

8.APÊNDICES

Em REVISÃO automate_user
2020-08-23 20:52:09 - 075968

Elaborado por: Whertz Sales	e-mail do elaborador: sem e-mail	Revisor: Livia Gebara	Última Revisão: 16/03/2013 nº da REV 01	Página: 5
--------------------------------	-------------------------------------	--------------------------	--	-----------