

CONSÓRCIO LOOP – O2 – LaGEn UNIVERSIDADE FEDERAL FLUMINENSE



Protocolo LAB N° 005 - 12 REV 01 Descarbonatação de Filtros

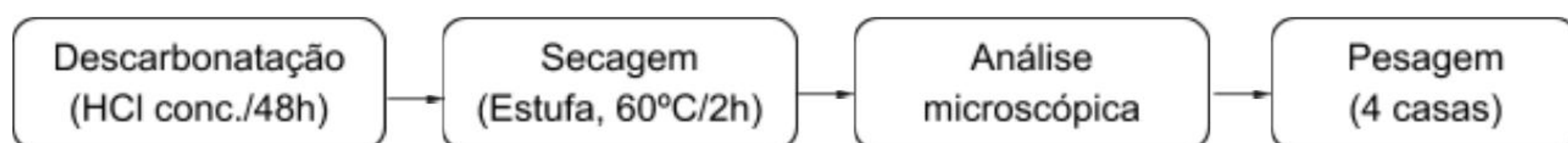
1. OBJETIVO

O objetivo deste método é a eliminação dos carbonatos da amostra de material particulado em suspensão através de digestão ácida, para a análise de COT, NT, $d^{13}C$ e $d^{15}N$ (Filtros da fração A do Fundeio).

2. MATERIAIS & EQUIPAMENTOS

Materiais & Reagentes	Equipamentos
<ul style="list-style-type: none">• Ácido clorídrico 37% fumegante• Dessecador• Porta-filtros• Vidros de relógio pequenos	<ul style="list-style-type: none">• Balança analítica de 4 casas decimais• Estufa

3. FLUXOGRAMA DE TRABALHO



Elaborado por: Livia Gebara	e-mail do elaborador: xxxxxx@xxxx.com.br	Revisor: Livia Gebara	Última Revisão: 29/07/2013 n° da REV 01	Página: 1
--------------------------------	---	--------------------------	--	-----------

4. PROCEDIMENTOS

Previamente a utilização do material, procede-se a descontaminação deste, segundo Protocolo Lab. nº 01-11.

- I. Os filtros com material são descongelados a temperatura ambiente.
- II. Os filtros são levados à estufa a 45 °C por 24 horas, em seus receptáculos abertos e devidamente identificados a lápis.
- III. Após as 24 horas, os filtros são imediatamente levados ao dessecador por 30 minutos para atingirem temperatura ambiente sem absorver qualquer umidade.
- IV. Os filtros são então levados a peso constante, um a um, anotando-se cada peso, em balança analítica de precisão de quatro casas decimais. É calculado o valor do peso da amostra descontado do peso do filtro segundo planilha específica onde foram anotados os pesos dos filtros limpos.
- V. Os filtros são divididos pela metade com uma lâmina bem afiada e cada metade é pesada e o peso anotado em planilha específica com adicionando-se à nomenclatura de cada amostra os números 1 e 2 no final.
- VI. As metades 2 dos filtros são novamente congeladas.
- VII. Em capela, coloca-se uma placa de petri de vidro grande (aproximadamente 20mL) cheia com HCl concentrado fumegante no fundo de um dessecador pequeno.
- VIII. Sobre a placa de cerâmica do dessecador colocam-se as metades 1 dos filtros dispostos em vidros de relógio pequenos devidamente identificados a lápis. A disposição dos filtros deve ser o mais espaçada possível.

Elaborado por: Livia Gebara	e-mail do elaborador: xxxxxx@xxxx.com.br	Revisor: Livia Gebara	Última Revisão: 29/07/2013 nº da REV 01	Página: 2
--------------------------------	---	--------------------------	--	-----------

- IX. Deixa-se os filtros dentro do dessecador completamente vedado, sob a reação do vapor de HCl, por 48 horas, dentro da capela ligada.
- X. Em capela, cuidadosamente, abre-se o dessecador para remoção dos filtros.
- XI. Os filtros são analisados sob microscópio óptico a fim de verificar a existência de estruturas carbonáticas ainda inteiras sobre eles. Caso haja alguma, é necessário maior tempo de exposição ao vapor de HCl (descarbonatação). Neste caso, repete-se o procedimento a partir da etapa 5 (trocando-se o ácido por um novo).
- XII. Os filtros são levados à estufa a 45°C por 12 horas.
- XIII. Os filtros são levados a outro dessecador vazio e limpo por 30 minutos.
- XIV. Os filtros são então, um a um, pesados na mesma balança analítica de precisão de quatro casas decimais. Cada peso deve ser anotado, observando-se se está menor que o peso da amostra anteriormente à descarbonatação. Caso contrário (se o peso estiver maior) é necessário maior tempo de descarbonatação. Neste caso, repete-se o procedimento a partir da etapa 5 (trocando-se o ácido por um novo).
- XV. A etapa 12 deve ser repetida até se obter peso constante nos valores das pesagens (variação de ± 5 na terceira casa decimal).
- XVI. Calcula-se o valor médio das pesagens pós-descarbonatação, o qual é usado para calcular o valor do peso final da amostra, já descarbonatada. O resultado do teor de carbonato é calculado segundo a planilha específica, assim como a correção deste teor para a massa da amostra.

Elaborado por: Livia Gebara	e-mail do elaborador: xxxxxx@xxxx.com.br	Revisor: Livia Gebara	Última Revisão: 29/07/2013 n° da REV 01	Página: 3
--------------------------------	---	--------------------------	--	-----------

5. TROUBLESHOOTING (SOLUÇÃO DE PROBLEMAS)

O valor do peso dos filtros após a descarbonatação pode ser maior que o valor do peso da amostra antes da descarbonatação, mesmo após repetição do protocolo para garantir sua eficiência. Isto possivelmente é devido à deposição de íons ou complexos de Cl sobre os filtros, aumentando sua massa ao invés de diminuí-la. Caso isto ocorra o método é invalidado..

6. REFERÊNCIAS

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

Elaborado por: Livia Gebara	e-mail do elaborador: xxxxxx@xxxx.com.br	Revisor: Livia Gebara	Última Revisão: 29/07/2013 n° da REV 01	Página: 4
--------------------------------	---	--------------------------	--	-----------