

CETESB	<b>DETERMINAÇÃO DE SÓLIDOS EM ÁGUAS</b>	L5.149
	<b>MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS</b>	
	Método de ensaio	JUN/91

SUMÁRIO	Pág.
1 Objetivo.....	1
2 Documento complementar.....	1
3 Definições.....	1
4 Aparelhagem.....	2
5 Execução do ensaio.....	3
6 Resultados.....	11
Anexo - Uso adequado e limpeza de material de platina.....	15

## 1 OBJETIVO

1.1 A presente Norma prescreve os métodos de determinação das diversas formas de sólidos (total, fixo, volátil, não filtrável, não filtrável fixo, não filtrável volátil, filtrável, filtrável fixo, e filtrável volátil) em amostras de águas em geral, efluentes domésticos e industriais, águas de mar, lodos e sedimentos.

1.2 Existem variações dos métodos, adaptando-os aos diversos tipos de amostra, a saber:

- a) Métodos A, B, C, D, E, F, G, H, I - gravimétricos - aplicam-se a água em geral, efluentes domésticos e industriais e águas de mar;
- b) Método J, K, L - gravimétricos, modificados aplicam-se a lodos e sedimentos em geral.

Nota: Nestes casos, apenas sólidos totais fixo, e volátil têm significado e interesse.

1.3 Os métodos do item a se aplicam na faixa  $10$  a  $20 \times 10^3$  mg/L.

## 2 DOCUMENTO COMPLEMENTAR

Na aplicação desta Norma é necessário consultar:

- Guia de Coleta e Preservação de Amostras de Água, da CETESB.

## 3 DEFINIÇÕES

Para os efeitos desta Norma são adotadas as definições de 3.1 a 3.5.

### 3.1 Sólidos totais

Material que resta na cápsula após a evaporação de uma porção de

amostra e sua posterior secagem em estufa à temperatura escolhida, até peso constante.

### 3.2 Sólidos filtráveis

Porção do sólido total que passa por um filtro de fibra de vidro, que retém partículas de diâmetro 1,2  $\mu\text{m}$  ou maior.

### 3.3 Sólidos não filtráveis

Porção do sólido total que não passa por um filtro de fibra de vidro, que retém partículas de diâmetro 1,2  $\mu\text{m}$  ou maior.

### 3.4 Sólidos fixos

Porção que resta após a ignição dos sólidos (total, filtrável ou não filtrável) a  $550 \pm 50^\circ\text{C}$  por 1 hora.

### 3.5 Sólidos voláteis

Porção dos sólidos (total, filtrável ou não filtrável) que se perde na ignição da amostra a  $550 \pm 50^\circ\text{C}$  por 1 hora.

## 4 APARELHAGEM

### 4.1 Vidraria, materiais e equipamentos

#### 4.1.1 Cápsula de evaporação, 100 mL, de um dos seguintes materiais:

- a) platina - é o material indicado em quase todos os casos de amostra, dada a sua leveza e resistência mecânica e química;
- b) porcelana, pyrex, vycor ou vitreosil - indicado quando o pH da amostra é inferior a 9.

Notas: a) Cápsula de pyrex não podem ser usadas para determinação de sólidos fixos; cápsulas de porcelana são menos indicadas para determinação de sólidos fixos.

b) Ver anexo para uso adequado e limpeza de materiais de platina.

#### 4.1.2 Proveta, 50 e 100 mL, ou tubo de Nessler, 50 e 100 mL.

#### 4.1.3 Proveta, 250 e 500 mL.

#### 4.1.4 Dessecador.

#### 4.1.5 Cadinhos de Gooch, capacidade 25 mL a 40 mL, diâmetro 2,1 - ou 2,4 cm, de um dos seguintes materiais:

- a) porcelana, com placa perfurada;

b) vitreosil, com placa perfurada.

Nota: Deve ser usado de preferência cadinho de vitreosil para determinação de sólidos filtráveis fixos.

4.1.6 Kitassatos, vidro boressilicato, 1 000 mL.

4.1.7 Alongas, vidro boressilicato, diâmetro aproximado 2 cm.

4.1.8 Adaptadores para alonga, borracha, dimensões apropriadas.

4.1.9 Banho-maria.

4.1.10 Forno de mufla para operação a  $550 \pm 50^{\circ}\text{C}$ .

4.1.11 Estufa,  $103-105^{\circ}\text{C}$  e  $179-181^{\circ}\text{C}$ .

4.1.12 Balança analítica, precisão  $\pm 0,1$  mg.

4.1.13 Pinça.

4.1.14 Pinça com ponta de platina.

## 4.2 Reagentes

4.2.1 Papel de filtro de fibra de vidro, para retenção de partículas de diâmetro  $1,2 \mu\text{m}$  com diâmetro 2,1 cm ou 2,4 cm.

4.2.2 Sílica-gel, indicadora, para dessecador.

## 5 EXECUÇÃO DO ENSAIO

### 5.1 Interferentes

5.1.1 Os resultados de sólidos estão sujeitos a erro e variabilidade, devido a:

- a) perda de compostos voláteis durante a evaporação;
- b) perda de  $\text{CO}_2$  e compostos minerais voláteis durante a ignição;
- c) decomposição de compostos.

5.1.2 Os resultados de amostras que contêm quantidade elevada de óleos e graxas são duvidosos, dada a dificuldade de secagem até peso constante num intervalo de tempo razoável.

### 5.2 Coleta de amostras

As amostras para determinação de sólidos são coletadas conforme o Guia de Coleta e Preservação de Amostras de Água, da CETESB.

### 5.3 Princípios gerais

5.3.1 Os testes para determinação das diversas formas de sólidos

são de natureza empírica e não determinam substâncias químicas específicas, mas sim classes de substâncias que têm propriedades físicas e respostas à secagem e à ignição semelhantes.

5.3.2 Os diversos tipos de sólidos são definidos arbitrariamente pelos detalhes de procedimento empregado, tais como:

- a) temperatura de secagem;
- b) temperatura de ignição;
- c) tempo de secagem;
- d) tempo de ignição; e
- e) características do filtro (tamanho dos poros, espessura do filtro a área de filtração), embora a separação de diversas formas dependa, ainda, de algumas variáveis dificilmente controláveis, tais como natureza química e física do material em suspensão e quantidade, e estado físico dos materiais depositados no filtro.

5.3.3 Escolha da temperatura de secagem: a 103-105°C ficam, ainda, retidas água de cristalização e água ocluída mecanicamente: perde-se CO<sub>2</sub> pela transformação de bicarbonato em carbonato e um pouco de matéria orgânica por volatilização. A 179-181°C perde-se quase toda a água ocluída e CO<sub>2</sub> e matéria orgânica por volatilização. Fica, ainda, retida água de cristalização. Águas relativamente limpas, de baixo conteúdo de matéria orgânica e de minerais, podem ser secas a qualquer dessas temperaturas; para águas mais poluídas pode ser mais adequada a temperatura elevada (179-181°C).

#### 5.4 Método A - Sólidos totais

##### 5.4.1 Princípio do método

5.4.1.1 Uma porção homogênea da amostra de volume adequado é transferida quantitativamente para uma cápsula de evaporação tarada, evaporada em banho-maria e seca em estufa à temperatura escolhida. O aumento de peso em relação ao peso de cápsula vazia é correspondente aos sólidos totais.

##### 5.4.2 Procedimento

5.4.2.1 Preparo da cápsula: deixar a cápsula limpa, de material apropriado, em mufla a 550 ± 50°C por 1 hora, esfriar em dessecador, pesar com precisão de ± 0,1 mg e deixar no dessecador até o momento do uso.

5.4.2.2 Transferir para a cápsula uma porção homogênea de volume

adequado, medida com proveta ou tubo de Nessler, e evaporar até a secagem em banho-maria.

- Notas:
- a) A porção de amostra não deve incluir partículas maiores, flutuantes ou submersas.
  - b) A porção de amostra deve incluir óleos e graxas flutuantes, que se dispersam na amostra antes da tomada da porção.
  - c) A porção de amostra deve ter volume suficiente para fornecer entre 25 e 250 mg de resíduos.

5.4.2.3 Depois de evaporada a amostra, secar a cápsula em estufa à temperatura escolhida (ver item 5.3.3) por, pelo menos, 1 hora.

5.4.2.4 Esfriar em dessecador, pesar assim que esfriar completamente (precisão  $\pm 0,1$  mg), e anotar o peso encontrado.

- Notas:
- a) A secagem deve ser até peso constante. Considera-se que foi atingido peso constante quando ocorrer variação de não mais de 0,5 mg entre duas séries sucessivas das seguintes operações: secagem em estufa, esfriamento em dessecador e pesagem.
  - b) Não lotar o dessecador.

## 5.5 Método B - Sólidos fixos

### 5.5.1 Princípio do método

5.5.1.1 Os sólidos obtidos na determinação dos sólidos totais são submetidos a ignição a  $550 \pm 50^{\circ}\text{C}$ . O material restante representa os sólidos fixos.

### 5.5.2 Procedimento

5.5.2.1 Preparo de cápsula: conforme 5.4.2.1.

5.5.2.2 Transferir para a cápsula uma porção homogênea (ver 5.4.2.2, Notas a e b) de amostra, de volume adequado (ver 5.4.2.2, Nota c), e evaporar até a secagem em banho-maria.

ALTERNATIVA: Com os sólidos totais em cápsula apropriada, obtidos conforme Método A, proceder conforme 5.5.2.3 e 5.5.2.4.

5.5.2.3 Submeter os sólidos a ignição em mufla a  $550 \pm 50^{\circ}\text{C}$  por 1 hora.

Nota: A mufla já deve estar a  $550 \pm 50^{\circ}\text{C}$  ao começar a ignição.

5.5.2.4 Esfriar em dessecador, pesar assim que esfriar completamente

te (precisão  $\pm 0,1$  mg), e anotar o peso encontrado.

Nota: Não lotar demais o dessecador.

## 5.6 Método C - Sólidos voláteis

### 5.6.1 Princípio do método

5.6.1.1 É obtido por diferença entre os valores dos sólidos totais e dos sólidos fixos.

### 5.6.2 Procedimento

5.6.2.1 Determinar os sólidos totais da amostra, conforme método A, item 4.4.2.

5.6.2.2 Determinar os sólidos fixos da amostra, conforme Método B, item 4.5.2.

## 5.7 Método D - Sólidos filtráveis

### 5.7.1 Princípio do método

5.7.1.1 Uma porção homogênea de amostra é filtrada a vácuo por filtro de fibra de vidro, e uma porção de volume adequado é evaporada em banho-maria e seca em estufa à temperatura escolhida. O aumento de peso em relação ao peso da cápsula vazia corresponde aos sólidos filtráveis.

### 5.7.2 Procedimento

5.7.2.1 Preparo da cápsula: secar a cápsula limpa, de material apropriado, em mufla a  $550 \pm 50^{\circ}\text{C}$  por 1 hora, esfriar em dessecador, pesar com precisão de  $\pm 0,1$  mg, deixar no dessecador até o momento do uso.

5.7.2.2 Preparo do cadinho de Gooch: colocar o disco de papel de filtro de fibra de vidro no cadinho de Gooch, colocar, em seguida, a placa de porcelana perfurada, colocar o cadinho no Kitassato (usando alonga e adaptadores), ligar o vácuo, lavar o conjunto com água destilada e deixar esgotar toda a água.

5.7.2.3 Filtrar a vácuo 300-500 mL de amostra homogênea (ver 5.4.2.2, Notas a e b), medidos em proveta.

5.7.2.4 Transferir para a cápsula uma porção do filtrado de volume adequado (ver 4.4.2.2, Nota c), medido com pipeta ou proveta, e evaporar até a secura em banho-maria.

5.7.2.5 Depois de evaporada, secar a cápsula em estufa à temperatu

ra escolhida (ver 4.3.3) por, pelo menos, 1 hora.

5.7.2.6 Esfriar em dessecador, pesar assim que esfriar completamente (precisão  $\pm 0,1$  mg), e anotar o peso encontrado.

Notas: a) A secagem deve ser até peso constante. Considera-se que foi atingido peso constante quando ocorrer variação de não mais de 0,5 mg entre duas séries sucessivas das seguintes operações: secagem em estufa, esfriamento em dessecador e pesagem.

b) Não lotar demais o dessecador.

5.7.2.7 Alternativa: Sólidos filtráveis também podem ser determinados pela diferença entre os valores dos sólidos totais e dos sólidos não filtráveis.

## 5.8 Método E - sólidos filtráveis fixos

### 5.8.1 Princípio do método

5.8.1.1 Os sólidos obtidos na determinação dos sólidos filtráveis são submetidos a ignição a  $550 \pm 50^\circ\text{C}$ . O material restante representa os sólidos filtráveis fixos.

### 5.8.2 Procedimento

5.8.2.1 Preparo da cápsula: conforme 5.7.2.1.

5.8.2.2 Preparo do cadinho de Gooch: conforme 5.7.2.2.

5.8.2.3 Filtrar a vácuo 300-500 mL de amostra homogênea (ver 4.4.2.2, Notas a e b) medidos em proveta.

5.8.2.4 Transferir para a cápsula uma porção do filtrado de volume adequado (ver 5.4.2.2, Nota c), medido em proveta ou tubo de Nessler, e evaporar até a secura em banho-maria.

ALTERNATIVA: Com os sólidos filtráveis em cápsula apropriada, obtido conforme método D, proceder conforme 5.8.2.5 e 5.8.2.6.

5.8.2.5 Submeter os sólidos a ignição em mufla a  $550 \pm 50^\circ\text{C}$  por 1 hora.

5.8.2.6 Esfriar em dessecador, pesar assim que esfriar completamente (precisão  $\pm 0,1$  mg) e anotar o peso encontrado.

Nota: Não lotar demais o dessecador.

## 5.9 Método F - Sólidos filtráveis voláteis

### 5.9.1 Princípio do método

É obtido por diferença entre os valores dos sólidos filtráveis e dos sólidos filtráveis fixos.

### 5.9.2 Procedimento

5.9.2.1 Determinar os sólidos filtráveis da amostra, conforme método D, item 4.7.2.

5.9.2.2 Determinar os sólidos filtráveis fixos da amostra, conforme método E, item 5.8.2.

## 5.10 Método G - Sólidos não filtráveis

### 5.10.1 Princípio do método

5.10.1.1 Uma porção homogênea de amostra de volume adequado é filtrado a vácuo por filtro de fibra de vidro e o material retido é seco em estufa à temperatura escolhida. O aumento de peso em relação ao peso do cadinho com filtro vazio representa os sólidos não filtráveis.

### 5.10.2 Procedimento

5.10.2.1 Preparo do cadinho de Gooch: colocar o disco de papel de filtro de fibra de vidro no cadinho de Gooch, de material apropriado, colocar, em seguida, a placa de porcelana perfurada, colocar o conjunto no Kitassato (usando adaptadores), ligar o vácuo, lavar o conjunto com água destilada e deixar esgotar toda a água. Secar o conjunto em mufla a  $550 \pm 50^{\circ}\text{C}$  por 1 hora, esfriar em dessecador, pesar (precisão  $\pm 0,1$  mg) e deixar no dessecador até o momento do uso.

5.10.2.2 Filtrar a vácuo uma porção homogênea de amostra (ver 5.4.2.2, Notas a e b), de volume adequado, medido com pipeta ou proveta.

Nota: A porção de amostra deve ter volume suficiente para fornecer, no mínimo, 2,5 mg de sólidos não filtráveis no caso de águas pouco turvas e, de preferência, entre 50-100 mg.

5.10.2.3 Deixar o vácuo ligado até remover toda a água, lavar o conjunto três vezes com porções de 10 mL de água destilada e deixar esgotar toda a água.

5.10.2.4 Secar o conjunto em estufa à temperatura escolhida (ver 5.3.3) por, pelo menos, 1 hora.



5.10.2.5 Esfriar em dessecador, pesar (precisão  $\pm 0,1$  mg) assim que esfriar completamente e anotar o peso encontrado.

Notas: a) A secagem deve ser até peso constante. Considera-se que foi atingido peso constante quando ocorrer variação de não mais de 0,5 mg entre duas séries sucessivas das seguintes operações: secagem em estufa, esfriamento em dessecador e pesagem.

b) Não lotar demais o dessecador.

5.10.2.6 Alternativa: Os sólidos não filtráveis também podem ser determinados pelo cálculo da diferença entre os valores dos sólidos totais e dos sólidos filtráveis, especialmente se a quantidade de sólidos retida no filtro for superior a 100 mg.

## 5.11 Método H - Sólidos não filtráveis fixos

### 5.11.1 Princípio do método

5.11.1.1 Os sólidos obtidos na determinação dos sólidos não filtráveis são submetidos a ignição a  $550 \pm 50^\circ\text{C}$ . O material restante representa os sólidos não filtráveis fixos.

### 5.11.2 Procedimento

5.11.2.1 Preparo do cadinho de Gooch: conforme 5.10.2.1.

5.11.2.2 Filtrar a vácuo uma porção homogênea de amostra (ver 4.5.2.2, Notas a e b), de volume adequado (ver 4.10.2.2, Nota), medido com tubo de Nessler ou proveta.

5.11.2.3 Deixar o vácuo ligado até esgotar toda a água, lavar o conteúdo três vezes com porções de 10 mL de água destilada e deixar esgotar toda a água.

**ALTERNATIVA:** Com os sólidos não filtráveis em cadinho apropriado, obtido conforme método G, proceder conforme 5.11.2.4 e 5.11.2.5.

5.11.2.4 Submeter o conjunto a ignição em mufla a  $550 \pm 50^\circ\text{C}$  por 1 hora.

5.11.2.5 Esfriar em dessecador, pesar (precisão  $\pm 0,1$  mg) assim que esfriar completamente e anotar o peso encontrado.

Nota: Não lotar demais o dessecador.

## 5.12 Método I - Sólidos não filtráveis voláteis

### 5.12.1 Princípio do método

5.12.1.1 É obtido por diferença entre os valores dos sólidos não filtráveis e dos sólidos não filtráveis fixos.

#### 5.12.2 Procedimento

5.12.2.2 Determinar os sólidos não filtráveis da amostra, conforme método G, item 5.10.2.

5.12.2.3 Determinar os sólidos não filtráveis fixos da amostra, conforme método H, item 5.11.2.

#### 5.13 Método J - Sólidos totais, modificado

##### 5.13.1 Princípio do método

5.13.1.1 Uma porção homogênea de amostra de volume adequado é transferida quantitativamente para uma cápsula de evaporação tarada, evaporada em banho-maria e seca em estufa à temperatura escolhida. O aumento de peso em relação ao peso da cápsula vazia corresponde aos sólidos totais.

##### 5.13.2 Procedimento

5.13.2.1 Preparo da cápsula: deixar a cápsula limpa, de material apropriado, na mufla a  $550 \pm 50^{\circ}\text{C}$  por 1 hora, deixar esfriar em dessecador, pesar (precisão  $\pm 10$  mg) e deixar no dessecador até o momento do uso.

5.13.2.2 Transferir para a cápsula uma porção homogênea de amostra, de 25-50 g, e pesar (precisão  $\pm 10$  mg).

Nota: Amostras fluidas devem ser homogeneizadas antes de se retirar a porção. Amostras sólidas ou em pedaços devem ser trituradas em almofariz ou com as mãos (usando luvas) antes de retirar a porção.

##### 5.13.2.3 Secar a amostra:

- a) evaporar a amostra fluida em banho-maria até a secar, secar em estufa a  $103-105^{\circ}\text{C}$  por 1 hora exatamente, esfriar em dessecador individual contendo sílica nova e pesar rapidamente assim que esfriar completamente (precisão  $\pm 10$  mg) e anotar o peso encontrado;
- b) secar a amostra sólida em estufa a  $103-105^{\circ}\text{C}$  por 1 noite, pesar rapidamente assim que esfriar completamente (precisão  $\pm 10$  mg) e anotar o peso encontrado.

#### 5.14 Método K - Sólidos fixos, modificado

### 5.14.1 Princípio do método

5.14.1.1 Os sólidos obtidos na determinação dos sólidos totais são submetidos a ignição a  $550 \pm 50^{\circ}\text{C}$ . O material restante representa os sólidos fixos.

### 5.14.2 Procedimento

5.14.2.1 Submeter os sólidos obtidos conforme método J a ignição a  $550 \pm 50^{\circ}\text{C}$  por 1 hora exatamente, esfriar em dessecador individual contendo sílica nova, pesar rapidamente (precisão  $\pm 10$  mg) assim que esfriar completamente e anotar o peso encontrado.

## 5.15 Método L - Sólidos voláteis, modificado

### 5.15.1 Princípio do método

5.15.1.1 É obtido por diferença entre os valores dos sólidos totais e dos sólidos fixos.

### 5.15.2 Procedimento

5.15.2.1 Determinar os sólidos totais da amostra, conforme método J, item 5.13.2.

5.15.2.2 Determinar os sólidos fixos da amostra, conforme método K, item 5.14.2.

## 6 RESULTADOS

### 6.1 Expressão dos resultados

6.1.1 A expressão dos sólidos totais (Método A) é:

$$\text{mg/L} = \frac{(M_2 - M_1) \times 1000}{\text{mL amostra}}$$

onde:

$M_2$  = peso da cápsula com sólidos totais

$M_1$  = peso da cápsula vazia.

6.1.2 A expressão dos sólidos fixos (Método B) é:

$$\text{mg/L} = \frac{(M_2 - M_1) \times 1000}{\text{mL amostra}}$$

onde:

$M_2$  = peso da cápsula com sólidos fixos

$M_1$  = peso da cápsula vazia.

6.1.3 A expressão dos sólidos voláteis (Método C) é:

$$\text{mg/L} = \text{sólidos totais} - \text{sólidos fixos}$$

6.1.4 A expressão dos sólidos filtráveis (Método D) é:

$$\text{mg/L} = \frac{(M_2 - M_1) \times 1000}{\text{mL amostra evaporados}}$$

onde:

$M_2$  = peso da cápsula com sólidos filtráveis

$M_1$  = peso da cápsula vazia.

6.1.5 A expressão dos sólidos filtráveis fixos (Método E) é:

$$\text{mg/L} = \frac{(M_2 - M_1) \times 1000}{\text{mL amostra evaporados}}$$

onde:

$M_2$  = peso da cápsula com sólidos filtráveis fixos

$M_1$  = peso da cápsula vazia.

6.1.6 A expressão dos sólidos filtráveis voláteis (Método F) é:

$$\text{mg/L} = \text{sólidos filtráveis} - \text{sólidos filtráveis fixos}$$

6.1.7 A expressão dos sólidos não filtráveis (Método G) é:

$$\text{mg/L} = \frac{(M_2 - M_1) \times 1000}{\text{mL amostra evaporados}}$$

onde:

$M_2$  = peso do filtro com sólidos não filtráveis

$M_1$  = peso do filtro vazio.

6.1.8 A expressão dos sólidos não filtráveis fixos (Método H) é:

$$\text{mg/L} = \frac{(M_2 - M_1) \times 1000}{\text{mL amostra filtrados}}$$

onde:

$M_2$  = peso do filtro com sólidos não filtráveis fixos

$M_1$  = peso do filtro vazio.

6.1.9 A expressão dos sólidos não filtráveis voláteis (Método I) é:

$$\text{mg/L} = \text{sólidos não filtráveis} - \text{sólidos não filtráveis fixos.}$$

6.1.10 A expressão dos sólidos totais (Método J) é:

$$\% \text{ sólidos totais} = \frac{M_2 \times 100}{M_1}$$

onde:

$M_2$  = peso do resíduo total, em g.

$M_1$  = peso da amostra, em g.

Notas: a) Os sólidos totais também podem ser expressos por:

$$\text{teor de sólidos} = \frac{\% \text{ sólidos totais}}{100} = \frac{\text{peso dos sólidos totais}}{\text{peso da amostra}}$$

b) A partir da % sólidos totais pode-se determinar:

$$\% \text{ umidade} = 100 - \% \text{ sólidos totais.}$$

c) A partir do teor de sólidos pode-se determinar:

$$\text{teor de umidade} = 1 - \text{teor de sólidos.}$$

6.1.11 A expressão dos sólidos fixos (Método K) é:

$$\% \text{ sólidos fixos} = \frac{M_3 \times 100}{M_2}$$

onde:

$M_3$  = peso dos sólidos fixos, em g.

$M_2$  = peso dos sólidos totais, em g.

6.1.12 A expressão dos sólidos voláteis (Método L) é:

$$\% \text{ sólidos voláteis} = \frac{(M_2 - M_3) \times 100}{M_2}$$

onde:

$M_2$  = peso dos sólidos totais

$M_3$  = peso dos sólidos fixos

6.1.13 O resultado é expresso em números inteiros.

## 6.2 Precisão e exatidão

6.2.1 Conforme "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater", 17ª edição, um único laboratório determinou sólidos totais a 103-105°C em 41 amostras de água e esgoto em duplicata, onde o desvio-padrão encontrado foi de 6,0 mg/L.

6.2.3 Conforme o "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater", 17ª edição, três laboratórios determinaram sólidos voláteis totais a  $550 \pm 50^\circ\text{C}$ , onde o desvio-padrão encontrado foi de 11 mg/L a 170 mg/L em quatro amostras e dez replicatas.

6.2.4 Conforme o "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater", 17ª edição, um único laboratório determinou sólidos filtráveis totais a  $180 \pm 2^\circ\text{C}$  em 77 amostras de padrão conhecido de 293 mg/L, onde o desvio-padrão encontrado foi de 21,20 mg/L.

---

/ANEXO

REVOGADO

ANEXO - USO ADEQUADO E LIMPEZA DE MATERIAL DE PLATINA

A-1 Platina é um material mole, mesmo quando em liga com pequena porcentagem de irídio. Por isso, cápsulas de platina devem ser manuseadas com cuidado para não deformá-las, não usar baguetas, etc., para não riscá-las, e não esfriá-las subitamente em água ou sobre superfícies frias, para não quebrá-las.

A-2 Não aquecer platina em contato com outro metal e nem colocar cápsulas incandescentes em contato com outros metais, para que não se formem ligas. Usar triângulos de porcelana, sílica, telas de amianto, para apoiar as cápsulas, e manuseá-las com pinça de ponta de platina.

A-3 Aquecer cápsulas de platina sempre em chama não luminosa, em condições oxidantes, para que não entrem em contato com carbono. Não deixar o cone interno da chama, que contém gases redutores, entrar em contato com a platina, para que não se formem carbeto de platina ou elementos reduzidos que se difundem na platina.

A-4 Se o conteúdo da cápsula contiver carbono ou papel de filtro, aquecer lentamente para permitir a combustão total da substância orgânica antes de se atingir 800 ou 1000°C.

A-5 Produtos que podem gerar metais ou não-metais facilmente reduzidos ou, então, os próprios metais ou não-metais, não devem ser aquecidos em cápsula de platina, porque podem ser reduzidos pelo carbono do papel de filtro ou pelos gases redutores da chama. Exemplos: prata, mercúrio, chumbo, bismuto, antimônio, estanho, sulfetos, arsênio, fósforo, selênio, telúrio e silício.

A-6 Não aquecer em cápsula de platina: óxidos alcalinos, hidróxidos alcalinos, nitratos alcalinos e alcalino-terrosos, nitritos alcalinos, cianetos alcalinos e alcalino-terrosos e óxido de bário, pois atacam a platina quando aquecidos ou fundidos.

A-7 Soluções de halogênios e misturas que os fornecem (água régia, ácido clorídrico com agente oxidante, cloreto férrico com meio ácido clorídrico) atacam a platina.

A-8 Com o uso a platina se torna cinzenta e pode até rachar. Por isso, deve-se polir sempre as cápsulas por dentro e por fora, usando areia fina; manter a sua forma inicial, adaptando-as a moldes de madeira.

A-9 Para remover manchas, digerir o material em ácido nítrico ou em

ácido clorídrico.

A-10 Manchas persistentes se removem por fusão com pirossulfato de potássio,  $K_2S_2O_7$ , à temperatura baixa por 5-10 minutos, e digestão com ácido clorídrico. Repetir se necessário.

A-11 A fusão também pode ser feita com carbonato de potássio.

A-12 A fusão também pode ser feita com bissulfato de potássio,  $KHSO_4$ , a  $650^\circ C$  e posterior lavagem com água fervente.

REVOGADA