



DETERMINAÇÃO GRAVIMÉTRICA DE PESO SECO EM AMOSTRAS DE SEDIMENTO E TECIDO BIOLÓGICO

Daniele de Almeida Miranda, Gilvan Takeshi Yogui

Para fins de referência, este documento pode ser citado como:

Miranda, D.A.; Yogui, G.T. 2012. Determinação gravimétrica de peso seco em amostras de sedimento e tecido biológico. Procedimento Operacional Padrão OrganoMAR-2012-02, Revisão nº 1. Laboratório de Compostos Orgânicos em Ecossistemas Costeiros e Marinhos, Departamento de Oceanografia, Universidade Federal de Pernambuco, 7p.

Os protocolos do OrganoMAR estão disponíveis na internet através do site www.ufpe.br/organomar (clique em Publicações → Protocolos)



1 PROPÓSITO

- 1.1 Este documento descreve procedimentos empregados na determinação do percentual de peso seco em amostras de sedimento e tecido biológico através de método gravimétrico. Tais procedimentos são rotineiramente utilizados no âmbito do Laboratório de Compostos Orgânicos em Ecossistemas Costeiros e Marinhos (OrganoMAR) do Departamento de Oceanografia (DOCEAN) da Universidade Federal de Pernambuco (UFPE).

2 SUMÁRIO DO PROCEDIMENTO

- 2.1 A determinação de peso seco na amostra é feita por gravimetria. Coloca-se aproximadamente 1,0 g de amostra úmida em um béquer e pesa-se o mesmo em balança analítica. A amostra é então armazenada em estufa a 60 °C para remoção de água. Após 24 horas, o béquer contendo a amostra seca é pesado na balança. Em seguida o béquer é recolocado na estufa a 60 °C. Após 2 horas, o béquer é retirado da estufa e mais uma vez pesado na balança para confirmação de peso constante. Este último valor é utilizado para calcular o percentual de peso seco da amostra.

3 REAGENTES, SOLVENTES, VIDRARIA, MATERIAIS E EQUIPAMENTOS

3.1 Reagentes e solventes

- 3.1.1 Diclorometano (CAS: 75-09-2; qualidade: UltimAR ou equivalente; Dichloromethane, Mallinckrodt Chemicals cód. H485 ou equivalente)
- 3.1.2 n-Hexano (CAS: 110-54-3; qualidade: UltimAR ou equivalente; Hexanes 95% n-hexane, Mallinckrodt Chemicals cód. H487 ou equivalente)

3.2 Listagem de vidrarias

- 3.2.1 Béquer (20 mL)
- 3.2.2 Dessecador com tampa (30 cm de diâmetro)

3.3 Listagem de materiais

- 3.3.1 Bandeja de plástico
- 3.3.2 Caneta (marcador permanente)
- 3.3.3 Pinça de ponta serrilhada (aço inoxidável, 25 cm de comprimento)
- 3.3.4 Espátula com colher (aço inoxidável, 15 cm de comprimento)



3.3.5 Bandeja de alumínio

3.3.6 Papel alumínio

3.4 Equipamentos

3.4.1 Balança analítica (Shimadzu, modelo AY220 ou equivalente)

3.4.2 Estufa de secagem e esterilização 64 litros (SP Labor, modelo SP-100/64/A ou equivalente)

4 PROCEDIMENTOS DE LABORATÓRIO

4.1 Procedimentos pré-pesagem

4.1.1 Retire as amostras do freezer e deixe-as descongelar dentro de uma bandeja de plástico em temperatura ambiente e ao abrigo da luz.

4.1.2 Insira o código de identificação das amostras do lote de análise na coluna “ID Amostra” do livro de registro “Peso Seco”.

4.1.3 Separe um béquer (20 mL) devidamente muflado e utilize uma caneta (marcador permanente) para identificá-lo com o código de uma amostra do lote de análise. Repita este procedimento para identificar os demais béqueres do lote de análise.

4.1.4 Retire o pedaço de papel alumínio da boca de todos os béqueres. A partir deste procedimento os béqueres não devem ser manuseados com as mãos para evitar que suas paredes acumulem gordura.

4.1.5 Remova a tampa do dessecador e coloque-a de cabeça para baixo sobre a bancada. Isso preserva a camada de graxa de silicone na borda interna da tampa.



4.1.6 Com o auxílio da pinça de ponta serrilhada, coloque todos os béqueres devidamente identificados dentro do dessecador. Em seguida, recoloca a tampa sobre o mesmo. Aguarde aproximadamente 1 hora para assegurar a remoção de resíduos de umidade adsorvidos aos béqueres.

4.2 Pesagem da amostra úmida

4.2.1 Antes de iniciar a pesagem, certifique-se que a balança analítica está conectada à tomada (220 V) e a expressão “Stand-by” aparece na tela de cristal líquido da mesma.

4.2.2 Pressione a tecla “LIGA” no painel da balança analítica. Em seguida, execute os procedimentos de calibração da balança conforme as instruções do protocolo pertinente.



- 4.2.3** Remova a tampa do dessecador e coloque-a de cabeça para baixo sobre a bancada. Em seguida, retire todos os béqueres de dentro do dessecador e recoloque a tampa sobre o mesmo.
- 4.2.4** Certifique-se que todas as portas da câmara de pesagem da balança analítica estão fechadas. Em seguida, pressione a tecla “TARA” no painel da balança para tará-la.
- 4.2.5** Abra uma das portas da câmara de pesagem da balança. Com o auxílio da pinça, coloque o béquer referente ao Branco sobre o centro do prato da balança. Em seguida, feche a porta de vidro da câmara de pesagem.
- 4.2.6** Aguarde a indicação do símbolo de estabilidade () da balança aparecer na tela. Registre a massa do béquer somente depois que um mesmo valor permaneça estável por 30 segundos consecutivos na tela. Anote este valor na célula pertinente da coluna “Béquer” do livro de registro.
- 4.2.7** Abra uma das portas da câmara de pesagem da balança. Com o auxílio da pinça, retire o béquer da câmara. Em seguida, feche a porta de vidro.
- 4.2.8** Pressione a tecla “TARA” no painel da balança caso a leitura na tela de cristal líquido não retorne para o valor “0.0000”.
- 4.2.9** Abra uma das portas da câmara de pesagem da balança. Com o auxílio da pinça, coloque o béquer referente a uma amostra sobre o centro do prato da balança. Feche a porta de vidro.
- 4.2.10** Anote o valor da massa do béquer conforme procedimento descrito no item 4.2.6 deste protocolo.
- 4.2.11** Abra o recipiente que contém a amostra correspondente ao código de identificação do béquer que está dentro da câmara de pesagem. Homogenize a amostra com a colher da espátula (previamente lavada com diclorometano e n-hexano).
- 4.2.12** Abra uma das portas da câmara de pesagem da balança. Use a colher da espátula para adicionar $1,0 \pm 0,2$ g de amostra dentro do béquer. Em seguida, feche a porta de vidro.
- 4.2.13** Aguarde a indicação do símbolo de estabilidade () da balança aparecer na tela. Registre a massa somente depois que um mesmo valor permaneça estável por 30 segundos consecutivos na tela. Anote este valor na célula pertinente da coluna “Úmido” do livro de registro.
- 4.2.14** Abra uma das portas da câmara de pesagem da balança. Com o auxílio da pinça, retire o béquer da balança. Em seguida, feche a porta de vidro.
- 4.2.15** Repita os procedimentos descritos nos itens 4.2.8 a 4.2.14 para realizar a pesagem úmida das demais amostras.



4.2.16 Com o auxílio da pinça, coloque todos os béqueres dentro da bandeja de alumínio. Cubra a bandeja com uma folha de papel alumínio. Use a caneta (marcador permanente) para escrever o número do lote de análise no papel alumínio. Em seguida, use a pinça para fazer pequenos furos de ventilação no papel alumínio.

4.2.17 Coloque a bandeja com os béqueres dentro da estufa, mantendo-a em 60 °C por 24 horas para secagem das amostras.

4.3 Pesagem da amostra seca

4.3.1 Retire a bandeja com os béqueres de dentro da estufa após 24 horas de secagem.

4.3.2 Remova a tampa do dessecador e coloque-a de cabeça para baixo sobre a bancada. Com o auxílio da pinça, coloque os béqueres no dessecador e recolque a tampa sobre o mesmo. Aguarde cerca de 30 minutos ou o tempo necessário para que eles atinjam a temperatura ambiente.

4.3.3 Ligue e calibre a balança analítica conforme as instruções do protocolo pertinente.

4.3.4 Quando os béqueres estiverem em temperatura ambiente, remova a tampa do dessecador e coloque-a de cabeça para baixo sobre a bancada. Em seguida, retire todos os béqueres de dentro do dessecador e recolque a tampa sobre o mesmo.

4.3.5 Certifique-se que todas as portas da câmara de pesagem da balança analítica estão fechadas. Em seguida, pressione a tecla “TARA” para tarar a balança.

4.3.6 Abra a porta da câmara de pesagem da balança. Com o auxílio da pinça, coloque um dos béqueres sobre o prato da balança e feche a porta de vidro.

4.3.7 Registre a massa somente depois que um mesmo valor permaneça estável por 30 segundos consecutivos na tela. Anote este valor na célula pertinente da coluna “Seco 1” do livro de registro.

4.3.8 Abra a porta da câmara de pesagem. Com o auxílio da pinça, retire o béquer da câmara e feche a porta de vidro.

4.3.9 Repita os procedimentos descritos nos itens 4.3.5 a 4.3.8 para realizar a primeira pesagem seca das demais amostras.

4.3.10 Após pesar todas as amostras, coloque os béqueres novamente na bandeja de alumínio. Cubra-os com a folha de papel alumínio e coloque a bandeja dentro da estufa. Mantenha a estufa em 60 °C por mais 2 horas para confirmação de peso seco das amostras.



- 4.3.11** Retire a bandeja com os béqueres de dentro da estufa após 2 horas de secagem. Repita os procedimentos descritos nos itens 4.3.2 a 4.3.9 para esfriar os béqueres em dessecador e realizar a segunda pesagem seca das amostras. Entretanto, desta vez anote o valor da massa na célula pertinente da coluna “Seco 2” do livro de registro.
- 4.3.12** A diferença entre os valores de pesagem “Seco 1” e “Seco 2” não deve ultrapassar 0,0010 g. Caso os valores de alguma amostra resultem em diferença superior, retorne a mesma para a estufa a 60 °C por mais 2 horas. Após esse período, repita a pesagem da amostra seca na balança analítica. O procedimento de repetição da pesagem deve ser realizado até que a diferença entre os valores dos dois últimos pesos secos seja igual ou inferior a 0,0010 g. Neste caso, assume-se que a amostra atingiu peso constante (isto é, não contém água ou resíduos de umidade).

5 CÁLCULOS E CONTROLE DE QUALIDADE

5.1 Cálculo de peso seco

- 5.1.1** As informações anotadas no livro de registro “Peso Seco” devem ser inseridas na planilha eletrônica “Peso Seco”. Esta planilha pode ser encontrada na pasta OrganoMAR em qualquer computador do laboratório (clique em “Planilhas Mestre → Peso Seco”).
- 5.1.2** Ao inserir os dados, a planilha calcula automaticamente o peso seco das amostras bem como os parâmetros de controle de qualidade do lote analítico. Na coluna “Béquer Seco” da planilha, deve-se inserir o valor correspondente à última pesagem seca da amostra.
- 5.1.3** O arquivo deve ser salvo na pasta OrganoMAR, clicando em “Resultados → Peso Seco”. Ele deve ser nomeado com o código de identificação do lote de análise, conforme especificado no livro de registro “Peso Seco”.

5.2 Controle de qualidade

- 5.2.1** As amostras empregadas no controle de qualidade do lote analítico são Branco e Duplicata. O código de identificação dessas amostras deve ser retirado do livro de identidades “Controle de Qualidade”.
- 5.2.2** O Branco é empregado para demonstrar que os procedimentos de laboratório não introduziram contaminação no lote analítico. Além disso, o Branco também demonstra que os procedimentos de pesagem foram corretamente empregados e indica que a balança analítica está calibrada.
- 5.2.2.1** Critério de qualidade: o resultado do Branco é satisfatório quando a diferença entre a primeira e a última pesagem é igual ou inferior a $\pm 0,0010$ g.



5.2.3 A Duplicata é a réplica de laboratório de uma das amostras do lote analítico. Ela é empregada para demonstrar a homogeneidade da amostra e a precisão do método de análise.

5.2.3.1 Critério de qualidade: a diferença percentual relativa entre a amostra e sua duplicata deve ser igual ou inferior a 15%.

5.3 Fórmulas empregadas nos cálculos

5.3.1 Percentual de peso seco

$$PS = \left(\frac{S - B}{U - B} \right) \times 100$$

Onde: PS = peso seco da amostra (%)
S = peso da amostra seca + béquer (g)
U = peso da amostra úmida + béquer (g)
B = peso do béquer (g)

5.3.2 Diferença percentual relativa

$$DPR = \left| \left[\frac{ORI - DUP}{\left(\frac{ORI + DUP}{2} \right)} \right] \times 100 \right|$$

Onde: DPR = diferença percentual relativa (%)
ORI = percentual de peso seco na amostra original
DUP = percentual de peso seco na amostra duplicata

6 LITERATURA RELEVANTE

- 6.1** Lauenstein, G.G.; Cantillo, A.Y. 1998. Sampling and analytical methods of the National Status and Trends Program Mussel Watch Project: 1993-1996 update. NOAA Technical Memorandum NOS ORCA 130, U.S. Department of Commerce, Silver Spring, 233p.
- 6.2** Manual do usuário. Estufa de secagem e esterilização, modelo SP-100/64/A. SP Labor Equipamentos para Laboratórios, 3p.
- 6.3** Miranda, D.A.; Costa, B.V.M.; Yogui, G.T. 2012. Procedimentos para utilização, calibração e verificação de desempenho da balança analítica. Procedimento Operacional Padrão OrganoMAR-2012-01, Revisão nº 1. Laboratório de Compostos Orgânicos em Ecossistemas Costeiros e Marinhos, Departamento de Oceanografia, Universidade Federal de Pernambuco, 8p.