

República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) **PI0702145-3 A2**



(22) Data de Depósito: 29/06/2007

(43) Data da Publicação: 17/02/2009
(RPI 1989)

(51) *Int.Cl.:*

G01N 31/22 (2009.01)

(54) Título: **KIT ANALÍTICO QUANTITATIVO PARA DETERMINAÇÃO DE ALCALINIDADE DE ÁGUAS NATURAIS**

(73) Titular(es): Universidade de São Paulo - USP

(72) Inventor(es): Lúcia Helena da Silva, Raphael Hypolito, Sandra Andrade, Sibeles Ezaki, Sílvia Cremonez Nascimento

(57) Resumo: KIT ANALÍTICO QUANTITATIVO PARA DETERMINAÇÃO DE ALCALINIDADE DE ÁGUAS NATURAIS. Compreendido por (1) copos de plástico, bem lavados, marcados com precisão o volume necessário para titulação, normalmente 100cm³; (2) dois frascos conta-gotas escuros para transporte de soluções com indicadores, misto e fenolftaleína; (3) um frasco munido de conta-gotas, calibrado quantitativamente com água; e (4) baquetas de vidro, ditos equipamentos já calibrados e com todas as indicações de como efetuar as calibrações, possibilitando que a qualquer momento o kit seja recalibrado.



“KIT ANALÍTICO QUANTITATIVO PARA DETERMINAÇÃO DE ALCALINIDADE DE ÁGUAS NATURAIS”.

Refere-se a presente invenção a um kit analítico quantitativo para determinação de alcalinidade de águas naturais e, mais especificamente, a um kit que foi especialmente desenvolvido para determinar facilmente e com exatidão a alcalinidade das águas naturais em campo, por ocasião da coleta de amostras.

Como é de conhecimento químico e hidrogeoquímico, a alcalinidade é a capacidade que uma amostra de água natural apresenta de neutralizar ácido num dado pH de viragem; é a medida da basicidade (OH^- - hidroxila) de uma amostra de água.

Apesar da alcalinidade não se constituir em padrão de potabilidade, trata-se de um parâmetro de grande utilidade nos estudos de águas como, por exemplo, para cálculos de balanços de massa e carga e da qualidade da água usada em irrigações. Ela informa as características corrosivas e incrustantes da água, é base para dosagens no tratamento químico de águas, além de permitir também a quantificação de dureza e dos teores de gás carbônico, carbonato e hidrogenocarbonato (ou bicarbonato).

A alcalinidade acha-se intimamente relacionada com os processos de fotossíntese e respiração no meio aquático.

O gás carbônico, através do fenômeno de fotossíntese, é fixado por seres autotróficos como substâncias orgânicas, fazendo parte da cadeia alimentar. Seu retorno ao meio ambiente ocorre na forma de gás carbônico – respiração de animais, vegetais e como produto de decomposições quando mortos.

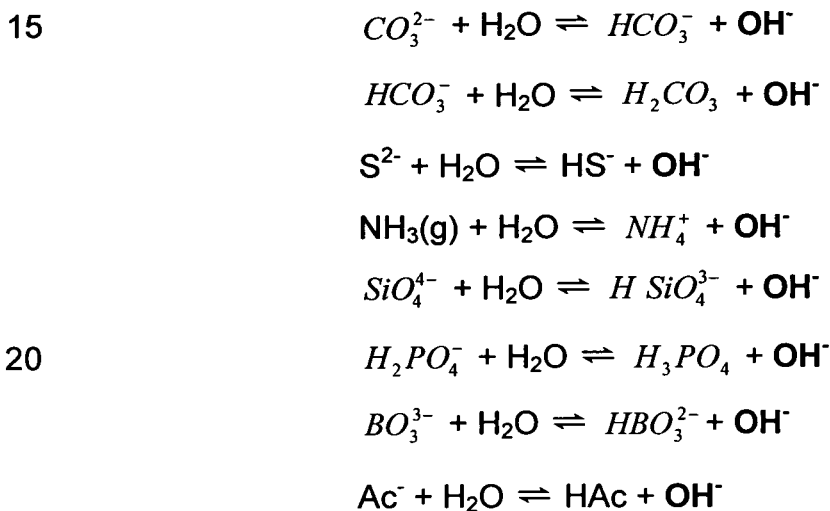
A ação biológica na decomposição de matéria orgânica em ambientes aquáticos, tanto em condições aeróbias como anaeróbias, produz gás carbônico e, desta forma, pode-se utilizar a alcalinidade também como

indicadora de atividades biológicas - corpos d'água com alta alcalinidade significa maior produção de gás carbônico e maior bioatividade.

Significativa também é a contribuição natural do gás carbônico resultante de atividades vulcânicas e da ação antrópica como queima de combustíveis fósseis e descarte de efluentes industriais que podem modificar as propriedades da água, em especial sua alcalinidade.

Como espécies químicas essenciais para a alcalinidade das águas podem ser mencionados os carbonatos (CO_3^{2-}), hidrogenocarbonatos (HCO_3^-) e, secundariamente, sulfetos (S^{2-}), amônia (NH_3), silicatos (SiO_4^{4-}), fosfatos (HPO_4^{2-}), boratos (BO_3^{3-}), ânions orgânicos como acetatos ($H_3C_2O_2^-$, abreviado como Ac^-), derivados de ácidos húmicos (AH), enfim ácidos fracos inorgânicos e orgânicos.

As reações químicas abaixo mostram a produção de hidroxilas como resultado de reações dessas espécies químicas com água.



Por outro lado, algumas substâncias em solução contribuem para a variação da alcalinidade no sentido de sua atenuação, produzindo H^+ , como ocorre na hidrólise de cátions como de alumínio, ferro, cromo, zinco etc.



A alcalinidade pode ser representada pela igualdade

$$A = [HCO_3^-] + 2[CO_3^{2-}] + [OH^-] + [H_3SiO_4^-] + [HS^-] + [\text{ânions orgânicos}] \dots [H^+]$$

Como na maioria das águas naturais as concentrações dos compostos do sistema $\text{CO}_2/\text{HCO}_3^-/\text{CO}_3^{2-}$ são mais elevadas pode-se desprezar as outras espécies em solução e, desta forma, a alcalinidade é simplesmente expressa como:

$$5 \quad A = [\text{HCO}_3^-] + 2[\text{CO}_3^{2-}]$$

Lembrando que o coeficiente 2 para a concentração de carbonato corresponde à concentração equivalente de H^+ utilizada em sua neutralização.

10 O teor de base presente na água até pH inferiores a 6,35 que corresponde ao equilíbrio $\text{H}_2\text{CO}_3/\text{HCO}_3^-$, cuja constante é $K_{\text{H}_2\text{CO}_3/\text{HCO}_3^-} = 10^{-6,35}$, é chamada alcalinidade total e a que mede a concentração de OH^- em pH superiores a 10,33 ($K_{\text{HCO}_3^-/\text{CO}_3^{2-}} = 10^{-10,33}$), é denominada alcalinidade parcial.

15 As alcalinidades são determinadas por titrimetria usando ácido sulfúrico (0,1N) padronizado e indicadores que permitem obter com precisão o ponto de equivalência ou ponto de viragem.

O pH selecionado para viragem deve se situar abaixo de 6,35 onde ocorre predomínio do par $\text{H}_2\text{CO}_3/\text{HCO}_3^-$ que são as formas estáveis em meio ácido. Se for escolhido o pH de viragem ao redor de 5 já se obtém resultado da alcalinidade total bastante satisfatório, abrangendo praticamente
20 todo o OH^- de interesse que se encontra em solução. O indicador misto produz excelentes resultados para análise de alcalinidade total - trata-se de uma mistura dos indicadores verde de bromocresol e vermelho de metila que produz viragem bastante nítida, passando da cor verde em pH maior que 5,10 para vermelha.

25 Na alcalinidade parcial, que corresponde a soluções fortemente alcalinas, as águas são também tituladas com ácido sulfúrico 0,1 N usando, no entanto, fenolftaleína como indicador que muda de rosa para incolor quando o pH se torna menor que 8,20 ($\text{HCO}_3^-/\text{CO}_3^{2-}$).

Por se tratar de método analítico elementar de titrimetria as

medidas de alcalinidades são facilmente realizadas em laboratório. Contudo, as análises químicas de alcalinidades parcial e total são de fundamental importância em estudos de águas e devem ser realizadas durante pesquisas de campo por ocasião de coletas de amostras evitando, desta forma, erros devido à dissolução gasosa, especialmente de gás carbônico atmosférico e desgaseificação que ocorre com variações da temperatura. Assim, a determinação de alcalinidade deve sempre ser efetuada com rapidez evitando interferências como dissolução de gás carbônico da atmosfera ou desgaseificação, precipitação de carbonatos etc. Essas considerações são válidas para todas as águas, quer sejam superficiais, subterrâneas ou pluviométricas.

Quando, entretanto, as determinações são efetuadas em campo, há a desvantagem de haver muitas dificuldades, requerendo utensílios laboratoriais de difícil transporte que devem ser cuidadosamente lavados e mantidos muito limpos, sendo a quantidade desses materiais - frascos, vidrarias, reagentes etc. equivalente ao número de amostras a serem analisadas, na maioria das vezes em número consideravelmente elevado.

Portanto, as desvantagens dos atuais métodos de determinação de alcalinidade no campo são referentes principalmente ao transporte de reagentes e vidrarias, normalmente em quantidades razoáveis e que exigem cuidados especiais de embalagens e transporte.

Atualmente existem kits para determinação de alcalinidade que foram projetados para testes de águas de piscinas ou aquários e que não trazem garantia da calibração do equipamento utilizado, o que pode gerar erros muito grandes nas determinações. Outros, apesar de precisos, são extremamente caros porque trazem equipamentos sofisticados para dispensar o volume de titulante, além de frascos especiais para coleta de amostras, o que leva aos mesmos problemas de descontaminação prévia dos materiais para o uso em campo.

É, pois, objetivo da presente invenção, obter um kit analítico quantitativo de campo para determinação das alcalinidades parcial e total de águas naturais, que possa ser facilmente transportado em uma pequena caixa, sem maiores cuidados.

5 Outro objetivo da presente invenção refere-se ao fato do kit analítico quantitativo para determinação de alcalinidade de águas naturais envolver uma metodologia simples, barata e eficiente.

 Outro objetivo da presente invenção refere-se ao fato do kit analítico quantitativo para determinação de alcalinidade de águas naturais ser de
10 grande utilidade a todos aqueles que trabalham com águas naturais, sem necessidade de montar um laboratório no campo ou congelar as amostras, o que nem sempre é a melhor técnica indicada.

 Outro objetivo da presente invenção refere-se ao fato do kit analítico quantitativo para determinação de alcalinidade de águas naturais
15 permitir que os trabalhos sejam efetuados facilmente, sem necessidade de transportar vidrarias descontaminadas e/ou improvisar um laboratório em campo, pois em certos casos torna-se até uma operação perigosa.

 Outro objetivo da presente invenção refere-se ao fato do kit analítico quantitativo para determinação de alcalinidade de águas naturais
20 permitir facilmente e com exatidão comprovada realizar suas determinações de alcalinidade.

 Outro objetivo da presente invenção refere-se ao fato do kit analítico quantitativo para determinação de alcalinidade de águas naturais ser economicamente viável.

25 Outro objetivo da presente invenção refere-se ao fato do kit analítico quantitativo para determinação de alcalinidade de águas naturais poder ser recalibrado a qualquer momento.

 Esses e outros objetivos e vantagens da presente invenção

são alcançados através de um kit analítico quantitativo que compreende: (i) copos de plástico, bem lavados, marcados com precisão o volume necessário para titulação, normalmente 100 cm³; (ii) dois frascos conta-gotas escuros para transporte de soluções com indicadores (misto e fenolftaleína); (iii) um frasco
5 munido de conta-gotas calibrado quantitativamente com água; e (iv) baquetas de vidro. Ditos equipamentos já calibrados e com todas as indicações de como efetuar as calibrações, possibilitando que a qualquer momento o kit seja recalibrado. O erro que se tem nas determinações são estatisticamente comparáveis àqueles que são obtidos em laboratório utilizando bureta com
10 divisões de vigésimos de mL.

A seguir, para melhor entendimento e compreensão da presente invenção, será descrito detalhadamente o que está sendo proposto.

Para determinação de alcalinidade em campo está sendo proposto um kit analítico quantitativo com aplicação de uma técnica simples,
15 prática, e que é de grande utilidade a todos aqueles que trabalham com águas naturais, sem necessidade de montar um laboratório no campo ou congelar as amostras, o que nem sempre é a melhor técnica indicada.

A determinação de alcalinidade em águas realizada em campo utilizando o kit traz não somente enormes vantagens econômicas como
20 também, e principalmente, resultados analíticos confiáveis.

O kit, dispositivo da presente invenção, é constituído por:

(1) Copos descartáveis de plástico semelhantes aos utilizados para tomar água em bebedouros públicos.

(2) Dois frascos conta-gotas de vidro escuro.

25 (3) Um frasco de vidro conta-gotas que pode ser escuro ou incolor.

(4) Baquetas de vidro.

As baquetas de vidro (4) devem ter comprimento de aproximadamente uma vez e meia a altura do copo de plástico e diâmetro aproximado de 5 mm; elas serão utilizadas para agitar a mistura água/indicador/solução ácida durante a titulação em campo.

- 5 Os copos descartáveis de plástico (1) devem ter 200 mL de capacidade, de cor branca para melhor visualização nas mudanças de cores dos indicadores, com marcas indicando volume exato de 100 cm³ que é suficiente e que normalmente se utiliza nas determinações de alcalinidade. A marca do volume deve ser executada utilizando dispositivos de precisão como bureta, 10 pipeta volumétrica etc. Cuidadosamente marca-se, do lado externo do copo de plástico, o nível d'água com tinta, fita adesiva ou caneta de ponta porosa. Sugere-se preparar sempre um número de frascos superior àqueles previstos para as análises em campo.

- 15 Para evitar decomposição das soluções de indicadores (fenolftaleína e indicador misto) pela ação da luz, os frascos conta-gotas de vidro (2) devem ser de cor escura, possuir entre 50 e 100 mL de capacidade.

O frasco de vidro escuro ou incolor (3) pode ter capacidade entre 50 e 100 mL, munido de conta-gotas calibrado que será utilizado para solução de ácido sulfúrico padronizado (0,1 N).

- 20 A calibração do conta-gotas deve ser efetuada em laboratório utilizando uma bureta e contando-se o número de gotas d'água necessárias para completar, por exemplo, o volume de 1,00 cm³; este procedimento deve ser repetido 5 a 6 vezes e considera-se o volume de uma gota o valor de 1 cm³ dividido pelo número médio de gotas obtidas durante as repetições.

- 25 O volume de uma gota poderá também ser calculado utilizando, ao invés de bureta, uma seringa para aplicação de injeções.

Maior precisão do volume, no entanto, poderá ser conseguida se um número de gotas de água for, a uma dada temperatura, pesado em

balança analítica até a quarta casa decimal. No interior de uma balança analítica, em um pequeno béquer de vidro tarado a temperatura ambiente (m_1), com o conta-gotas que vai ser calibrado, contar no mínimo 10 gotas de água e pesar o conjunto frasco/água até décimos de miligrama (m_2). Repetir este procedimento

5 3 vezes.

Medir a temperatura da água, que deve ser colocada em um recipiente também no interior da balança e calcular o volume de uma gota pela Equação 1. O volume deverá ser a média das três determinações.

A densidade da água em temperaturas variadas pode ser

10 obtida em trabalhos como, por exemplo, Handbook of Chemistry and Physics (LIDE, D.R. (EDIT.) (2002). 82ªEd. CRC Press Boca Raton London New York Washington, D.C.).

$$V_{(1 \text{ gota})}(cm^3) = \frac{(m_2 - m_1)(g)}{d \times n} \quad (\text{Equação 1})$$

V = volume da gota (cm^3)

15 n = número de gotas

d = densidade da água $g \text{ cm}^{-3}$

($m_2 - m_1$) = massa de água (g)

O kit analítico quantitativo para determinação de alcalinidade de águas naturais consiste de um estojo ou uma caixa com 25 cm de comprimento, 10 cm de largura e 15 cm de altura cuja forma e disposição interna

20 permite que se prendam, por exemplo, em isopor (poliestireno rígido) as baquetas, os frascos de plástico, e os três frascos conta-gotas. O recipiente para o transporte seguro do material, que não exige nenhum cuidado especial, pode ainda consistir simplesmente de pequena caixa tendo o cuidado em calçar com

25 tecido ou papel os materiais de campo.

Para calcular a alcalinidade parcial deve-se colocar cuidadosamente a amostra de água a ser analisada no copo até a marca de 100

cm³. A seguir adicionar 5 gotas de fenolftaleína, homogeneizar com a baqueta de vidro e, às gotas, com agitação (usar baqueta de vidro), adicionar, com o conta-gotas calibrado, solução de ácido até a mudança da cor. Anotar o número de gotas e calcular a alcalinidade parcial.

- 5 É necessário que as operações sejam realizadas rapidamente, efetuando duas ou mais determinações, considerando como resultado final o valor médio.

Para se determinar a alcalinidade total deve-se transferir 100 cm³ de amostra de água para um outro frasco plástico, adicionar 4-5 gotas de
10 indicador misto e titular com H₂SO₄ 0,1 N utilizando o conta-gotas calibrado.

Para calcular as alcalinidades sabe-se que elas são dadas em mg dm⁻³ de CaCO₃ e correspondem a todas as espécies químicas dissolvidas em água que neutralizam ácido.

O cálculo dado pela Equação 2 é baseado na reação do ácido
15 com carbonato de cálcio



$$[\text{CaCO}_3] (\text{mg dm}^{-3}) = \frac{N_{\text{H}_2\text{SO}_4} V_{\text{H}_2\text{SO}_4} (\text{cm}^3) \times 50,04 \times 10^3}{V_{\text{amostra}} (\text{cm}^3)} \quad (\text{Equação } 2)$$

20 Essa concentração pode ser transformada em meq dm⁻³ de CaCO₃ utilizando a Equação 3:

$$\text{meq}_{\text{CaCO}_3} (\text{meq dm}^{-3}) = \frac{[\text{CaCO}_3] (\text{mg dm}^{-3})}{50,04} \quad (\text{Equação } 3)$$

A determinação da alcalinidade parcial é efetuada pela
25 titulação com ácido sulfúrico 0,1N utilizando como indicador a fenolftaleína. O cálculo do teor em mg dm⁻³ é efetuado utilizando a Equação 2, enquanto que para teores expressos em meq dm⁻³ aplica-se a Equação 3.

É importante ressaltar que após a adição da fenolftaleína, se a amostra se mantiver incolor, pode-se afirmar que a alcalinidade parcial é zero.

A determinação de alcalinidade deve sempre ser efetuada com rapidez evitando interferências como dissolução de gás carbônico da atmosfera ou desgaseificação por variação de temperatura, precipitação de carbonatos etc. residindo aí também a grande praticidade do uso do Kit.

Exemplos de calibração do conta-gotas:

O método para calibração do conta-gotas levou em consideração a utilização de água destilada e de uma solução de ácido sulfúrico 0,1N. Estas determinações apresentadas nas tabelas 1 e 2, respectivamente, têm por finalidade mostrar que pode ser usada a água destilada para calibração do conta-gotas e utilizar o volume da gota para a titulação com o ácido sulfúrico 0,1N.

O volume de cada gota foi calculado utilizando a Equação 2 e o erro do volume foi obtido através da Equação 4 que permite calcular a propagação de erros em fórmulas matemáticas.

$$[e_v](\text{cm}^3) = \pm (V) \times \sqrt{\left(\frac{e_m}{m}\right)^2 + \left(\frac{e_d}{d}\right)^2 + \left(\frac{e_n}{n}\right)^2} \quad (\text{Equação 4})$$

A média e a estimativa do desvio padrão são fornecidos através das Equações 5 e 6:

$$[V_m](\text{cm}^3) = \frac{\sum V_i}{(N)} \quad (\text{Equação 5})$$

$$[s](\text{cm}^3) = \pm \sqrt{\frac{\sum (V_i - V_m)^2}{(N-1)}} \quad (\text{Equação 6})$$

N refere-se ao número de determinações (11).

Tabela 1: Calibração do conta-gotas com água destilada a

22,6°C (d = 0,9977g cm⁻³)

n	m (g)	V (cm ³)	e _v (cm ³)
2	0,1583	0,079	0,020
4	0,3269	0,082	0,010
6	0,4795	0,080	0,007
8	0,6356	0,080	0,005
10	0,8277	0,083	0,004
15	1,2428	0,083	0,003
20	1,6572	0,083	0,002
25	2,0804	0,083	0,002
30	2,4887	0,083	0,001
35	2,9120	0,083	0,001
40	3,3116	0,083	0,001
V _m		0,082	
s		0,002	
erro total		0,025	
erro parcial		0,006	

n é o número de gotas, m é massa em gramas, V o volume de 1 gota, e_v o erro do volume calculado em cm³, V_m é o volume médio calculado em cm³ e s a estimativa do desvio padrão do volume médio em cm³.

O erro total do método foi obtido utilizando a Equação 7:

$$5 \quad [e_v](\text{cm}^3) = \pm \sqrt{(e_{v1})^2 + \dots + (e_{v11})^2 + (s)^2} \quad (\text{Equação 7})$$

e_v corresponde ao erro parcial do método pela mesma Equação 7, no entanto, considerando apenas os valores a partir da quinta leitura, ou seja, a partir de 10 gotas, uma vez que o erro referente ao cálculo do volume de 1 gota torna-se menor que 0,01cm³.

22°C ($d = 1,0117\text{g/cm}^3$)

n	m (g)	V (cm ³)	e _v (cm ³)
2	0,1712	0,085	0,021
4	0,3481	0,086	0,011
6	0,5189	0,085	0,007
8	0,6952	0,086	0,005
10	0,8614	0,085	0,004
15	1,2921	0,085	0,003
20	1,7382	0,086	0,002
25	2,1768	0,086	0,002
30	2,6042	0,086	0,001
35	2,0489	0,086	0,001
40	3,4979	0,086	0,001
V _m		0,086	
s		0,001	
erro total		0,026	
erro parcial		0,006	

n é o número de gotas, m massa em gramas, V o volume de 1 gota, e_v erro do volume calculado, V_m volume médio calculado, s a estimativa do desvio padrão.

- 5 Foram, portanto, efetuadas diversas medições com ambos os líquidos e com número variado de gotas (Tabelas 1 e 2). Para água destilada obteve-se o volume da gota de $0,082 \pm 0,025 \text{ cm}^3$ e para o ácido sulfúrico 0,1N $0,086 \pm 0,026 \text{ cm}^3$, que resulta em volumes de gotas próximos entre si e o erro total em ambas as medições são muito próximos àquele encontrado em buretas
- 10 com capacidade de 10 cm^3 .

A seguir foram efetuadas análises de alcalinidade total, conforme o método descrito anteriormente, em uma solução contendo 225 mg dm⁻³ de CaCO₃ utilizando uma bureta e o conta-gotas previamente calibrado tanto com água destilada como com ácido sulfúrico 0,1N. Os dados de

5 concentração, obtidos através da Equação 2, usando a bureta são apresentados na Tabela 3; os dados de erro da concentração foram calculados utilizando a Equação 8, o valor médio de concentração e a estimativa do desvio padrão são obtidos através das Equações 5 e 6, substituindo volume por concentração.

$$[Ec](g.dm^{-3}) = \pm (C) \times \sqrt{\left(\frac{e_N}{N}\right)^2 + \left(\frac{e_V}{V}\right)^2 + \left(\frac{e_{V_{am}}}{V_{am.}}\right)^2} \quad (\text{Equação } 8)$$

10 As Tabelas 4, 5 e 6 apresentam os dados obtidos com o conta-gotas calibrado com água destilada, considerando o erro total e parcial na determinação do volume de uma gota do conta-gotas, e também com ácido sulfúrico 0,1N, respectivamente.

Os dados de concentração foram também obtidos através da

15 Equação 2; os dados de erro da concentração foram calculados utilizando a Equação 8, o valor médio de concentração e a estimativa do desvio padrão são obtidos através das Equações 5 e 6, substituindo volume por concentração. O erro total foi obtido pela aplicação da Equação 7.

Tabela 3: Determinações com bureta da alcalinidade total em

20 uma solução recém preparada, utilizando H₂SO₄ 0,1097±0,0001N e volume de amostra de 100±0,12cm³.

N	V (cm ³)	C (mg.dm ⁻³)	Ec (mg.dm ⁻³)
1	4,10	225,09	1,41
2	4,15	227,83	1,41
3	4,10	225,09	1,41
4	4,15	227,83	1,41
5	4,10	225,09	1,41

6	4,10	225,09	1,41
7	4,10	225,09	1,41
8	4,10	225,09	1,41
9	4,10	225,09	1,41
10	4,10	225,09	1,41
11	4,10	225,09	1,41

C (média) 225,59

s 1,11

erro total 4,82

N é o número de determinações, V o volume de H_2SO_4 0,1N gasto, C é a alcalinidade calculada como CaCO_3 em g dm^{-3} e Ec refere-se ao erro da alcalinidade em g dm^{-3} , calculado pela Equação 8. Capacidade da bureta é de 20mL e as leituras apresentam desvio de $\pm 0,025\text{cm}^3$.

5 Tabela 4: Determinação da alcalinidade total em uma solução recém preparada de 225mg dm^{-3} , usando o conta-gotas calibrado com água destilada, com volume de gota de $0,082 \pm 0,025\text{cm}^3$ (Tabela 1), normalidade do H_2SO_4 $0,1097 \pm 0,001\text{N}$ e volume de amostra $100 \pm 0,12\text{cm}^3$.

N	n	V (cm^3)	C (mg.dm^{-3})	Ec (mg.dm^{-3})
1	50	4,100	225,09	1,41
2	51	4,182	229,59	1,42
3	51	4,182	229,59	1,42
4	50	4,100	225,09	1,41
5	49	4,018	220,59	1,41
6	49	4,018	220,59	1,41
7	50	4,100	225,09	1,41
8	50	4,100	225,09	1,41

9	49	4,018	220,59	1,41
10	50	4,100	225,09	1,41
11	50	4,100	225,09	1,41

C (média) 224,68

s 3,15

erro total 5,65

N é o número da determinação, n número de gotas de H_2SO_4 0,1N, V o volume de H_2SO_4 0,1N (calculado pela Equação 1), C é a alcalinidade calculada como CaCO_3 em g.dm^{-3} (Equação 2), Er é o erro na determinação da alcalinidade como CaCO_3 em g.dm^{-3} , usando Equação 8. C (média) é a
 5 concentração média obtida com a Equação 5, em g.dm^{-3} , s a estimativa do desvio padrão das 11 determinações de alcalinidade em g.dm^{-3} (Equação 6) e o erro total da alcalinidade, em g.dm^{-3} , foi obtido com a Equação 7.

Tabela 5: Determinação da alcalinidade total em uma solução recém preparada de 225mg dm^{-3} , usando o conta-gotas calibrado com água
 10 destilada, com volume de gota de $0,082 \pm 0,006\text{cm}^3$ (Tabela 1), normalidade do H_2SO_4 $0,1097 \pm 0,001\text{N}$ e volume de amostra $100 \pm 0,12\text{cm}^3$.

N	n	V (cm^3)	C (mg.dm^{-3})	Ec (mg.dm^{-3})
1	50	4,100	225,09	0,47
2	51	4,182	229,59	0,48
3	51	4,182	229,59	0,48
4	50	4,100	225,09	0,47
5	49	4,018	220,59	0,47
6	49	4,018	220,59	0,47
7	50	4,100	225,09	0,47
8	50	4,100	225,09	0,47

9	49	4,018	220,59	0,47
10	50	4,100	225,09	0,47
11	50	4,100	225,09	0,47

C (média) 224,68

s 3,15

erro total 3,52

Tabela 6: Determinação da alcalinidade total em uma solução recém preparada de 225mg dm^{-3} , usando-se o conta-gotas calibrado com ácido sulfúrico, com volume de gota de $0,086\pm 0,026\text{cm}^3$ (Tabela 2), normalidade do H_2SO_4 $0,1097\pm 0,001\text{N}$ e volume de amostra $100\pm 0,12\text{cm}^3$.

N	n	V (cm^3)	C (mg.dm^{-3})	Ec (mg.dm^{-3})
1a.	50	4,300	236,07	1,47
2a.	51	4,386	240,79	1,47
3a.	51	4,386	240,79	1,47
4a.	50	4,300	236,07	1,47
5a.	49	4,214	231,35	1,47
6a.	49	4,214	231,35	1,47
7a.	50	4,300	236,07	1,47
8a.	50	4,300	236,07	1,47
9a.	49	4,214	231,35	1,47
10a.	50	4,300	236,07	1,47
11a.	50	4,300	236,07	1,47
C (média)			235,64	
s			3,31	
erro total			5,89	

Na Tabela 7 são sumariados os dados de alcalinidade obtidos utilizando bureta e conta-gotas, bem como o teste t (Student) com o qual é possível obter dados estatísticos para comparação dos resultados e como consequência dos métodos aqui apresentados (Massart et al, 1988).

5 Tabela 7: Resultados de alcalinidade para os métodos usando bureta e conta-gotas previamente calibrado em laboratório e os testes F e t (Student) para comparação dos métodos.

bureta				conta-gotas			teste F	
C média	s ou erro	N		C média	s ou erro	N	valor	Valor tabelado
obtida	total ou			obtida	total ou		obtido	para $\alpha=5\%$ e
	parcial				parcial			grau de
								liberdade 10
(a)	225,59	1,11	11	224,68	3,15	11	8,07	2,98 (10; 10)
(b)	225,59	1,11	11	235,64	3,31	11	8,88	2,98 (10; 10)
(c)	225,59	4,82	11	224,68	5,65	11	1,37	2,98 (10; 10)
(d)	225,59	4,82	11	224,68	3,52	11	0,53	2,98 (10; 10)

teste t(Student)			
homogeneização	valor	valor teórico para	Valor teórico para $\alpha=$
das variâncias	obtido para t	$\alpha=5\%$ e grau de	20% e grau de
s^2		liberdade 10	liberdade 10
(a)	5,591	0,90	2,23 (10)
(b)	6,088	-9,55	2,23 (10)
(c)	27,577	0,41	2,23 (10)
(d)	17,811	0,50	2,23 (10)

Legenda da tabela 7:

(a) resultados obtidos entre bureta e conta-gotas

(calibrado com água destilada) com desvio padrão apenas das leituras.

(b) resultados obtidos entre bureta e conta-gotas (calibrado com ácido sulfúrico) com desvio padrão apenas das leituras.

(c) resultados obtidos entre bureta e conta-gotas
5 (calibrado com água destilada) com desvio padrão resultante das dispersões das leituras combinada ao erro total do método (calibração do conta-gotas para cada leitura).

(d) resultados obtidos entre bureta e conta-gotas
(calibrado com água destilada) com desvio padrão resultante da dispersão das
10 leituras combinado ao erro parcial do método (calibração do conta-gotas de 10-40 gotas) para cada leitura.

N = número de determinações e α = nível de significância do teste.

Neste trabalho comprovou-se que calibrando previamente o
15 conta-gotas com água destilada, com um número de gotas entre 10 e 40 e controlando a temperatura do experimento para que se possa utilizar a densidade correta da água, determina-se com ótima exatidão e precisão o volume de uma gota dispensada pelo conta-gotas, o qual poderá ser utilizado para posteriores cálculos dos teores de alcalinidade que serão determinados em
20 campo, sem a complicação de se montar laboratório ao ar livre.

Apesar de ter sido descrito e ilustrado um conceito preferido dessa solução cabe salientar que outras soluções são passíveis de realização sem que se fuja do escopo da presente invenção.

Reivindicações

1- "KIT ANALÍTICO QUANTITATIVO PARA DETERMINAÇÃO DE ALCALINIDADE DE ÁGUAS NATURAIS", constituído por: (i) um recipiente (1) em forma substancial de copo, tal como, um béquer; (ii) dois frascos conta-gotas (2); (iii) um frasco munido de conta-gotas (3); e (iv) um bastão (4) para agitar a solução preparada, tal como, baquetas de vidro, caracterizado pelo fato de ditos equipamentos serem calibrados em laboratório e possuírem todas as indicações de como efetuar as calibrações, possibilitando que a qualquer momento o kit seja recalibrado.

2- "KIT ANALÍTICO QUANTITATIVO PARA DETERMINAÇÃO DE ALCALINIDADE DE ÁGUAS NATURAIS", de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato da calibração do conta-gotas (3) ser efetuada em laboratório utilizando uma bureta ou seringa e contando-se o número de gotas de água necessárias para completar o volume de 1,00 cm³; este procedimento deve ser repetido de 5 a 6 vezes e então considera o volume de uma gota o valor de 1cm³ dividido pelo número médio de gotas obtidas durante as repetições.

3- "KIT ANALÍTICO QUANTITATIVO PARA DETERMINAÇÃO DE ALCALINIDADE DE ÁGUAS NATURAIS", de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato da calibração do conta-gotas (3) ser efetuada ao pesar um número de gotas de água em balança analítica até a quarta casa decimal, a uma dada temperatura; no interior de dita balança analítica, em um pequeno béquer de vidro tarado a temperatura ambiente (m₁), com o conta-gotas que vai ser calibrado, contar um certo número de gotas de água e pesar o conjunto frasco/água até décimos de miligrama (m₂), em seguida deve-se medir a temperatura da água, que deve ser colocada em um recipiente também no interior da balança e calcular o volume de uma gota pela equação 1 abaixo:

$$V_{(1 \text{ gota})}(cm^3) = \frac{(m_2 - m_1(g))}{d \times n} \quad (\text{Equação 1})$$

, onde:

V = volume da gota (cm^3)

n = número de gotas

d = densidade da água em g.cm^{-3}

$(m_2 - m_1)$ = massa de água (g)

- 5 4- “KIT ANALÍTICO QUANTITATIVO PARA DETERMINAÇÃO DE ALCALINIDADE DE ÁGUAS NATURAIS”, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato dos recipientes (1) serem copos descartáveis de plástico, béqueres, ou qualquer outro objeto com 200 mL de capacidade, ditos recipientes (1) possuírem cor branca ou então serem transparentes e apresentarem marcas
- 10 indicando volume exato de 100 cm^3 .

5- “KIT ANALÍTICO QUANTITATIVO PARA DETERMINAÇÃO DE ALCALINIDADE DE ÁGUAS NATURAIS”, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato dos frascos conta-gotas serem escuros e transportarem soluções com indicadores, ditos indicadores sendo misto e/ou fenolftaleína;

- 15 6- “KIT ANALÍTICO QUANTITATIVO PARA DETERMINAÇÃO DE ALCALINIDADE DE ÁGUAS NATURAIS”, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato dos frascos de vidro munidos de conta-gotas (3) serem de cor escura, possuir entre 50 e 100 mL de capacidade, ditos frascos (3) são calibrado quantitativamente com água.

- 20 7- “KIT ANALÍTICO QUANTITATIVO PARA DETERMINAÇÃO DE ALCALINIDADE DE ÁGUAS NATURAIS”, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato do bastão (4) ser preferencialmente baquetas de vidro (1), terem comprimento de aproximadamente uma vez e meia a altura do recipiente (1) e diâmetro aproximado de 5 mm; ditas baquetas de vidro (4) são
- 25 utilizadas para agitar a mistura água/indicador/solução ácida durante a titulação em campo.

8- “KIT ANALÍTICO QUANTITATIVO PARA DETERMINAÇÃO DE ALCALINIDADE DE ÁGUAS NATURAIS”, de acordo com a reivindicação 1,

caracterizado pelo fato de consistir de um estojo ou uma caixa com 25cm de comprimento, 10cm de largura e 15cm de altura cuja forma e disposição interna permite que se prendam.

Resumo

"KIT ANALÍTICO QUANTITATIVO PARA DETERMINAÇÃO DE ALCALINIDADE DE ÁGUAS NATURAIS", compreendido por (1) copos de plástico, bem lavados, marcados com precisão o volume necessário para
5 titulação, normalmente 100cm^3 ; (2) dois frascos conta-gotas escuros para transporte de soluções com indicadores, misto e fenolftaleína; (3) um frasco munido de conta-gotas, calibrado quantitativamente com água; e (4) baquetas de vidro, ditos equipamentos já calibrados e com todas as indicações de como
10 efetuar as calibrações, possibilitando que a qualquer momento o kit seja recalibrado.