

Quím. Juliana Ferreira de Oliveira Pesquisadora



Laboratório de Referências Metrológicas

Centro de Química e Manufaturados

Conceitos Boas Práticas de Pesagem

Versão 1 2016

Laboratório de Referências Metrológicas Centro de Química e Manufaturados Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo São Paulo, Brasil

Introdução

As pesagens são etapas presentes na maioria dos métodos analíticos. A seguir são apresentadas algumas recomendações que podem ser adotadas para a garantia da qualidade no processo de pesagem em balança analítica.

1. Recomendações iniciais

Antes do início dos trabalhos é recomendável a checagem das condições iniciais, conforme ilustrado pelo diagrama:

WARM-UP

Alguns fabricantes recomendam um tempo de warm-up após a balança ser ligada antes de iniciar as pesagens. O analista também pode determiná-lo, baseado na sua experiência de uso, verificando a estabilização da balança.

CORRENTES DE AR

Devem ser eliminadas, podendo ser necessário o trabalho com portas e janelas fechadas e ar-condicionado desligado.

LIMPEZA

Geralmente é realizada com um pincel, com o objetivo de eliminar material derramado em pesagens anteriores. É importante para evitar contaminação e danos à balança.

FAIXA DE TRABALHO

Verificar se a capacidade de carga da balança, bem como a sua resolução, atendem à necessidade. Deve ser considerada a massa da tara (recipiente em que é feita a pesagem) + massa do material.

CONDIÇÕES AMBIENTAIS

Verificar no manual da balança a faixa de temperatura e umidade relativa recomenda pelo fabricante. A pesagem em umidade relativa abaixo de 20% pode resultar na formação de cargas eletrostáticas que alteram a pesagem. Em dias chuvosos a umidade relativa pode ultrapassar 80%, provocando ganho de massa durante a pesagem de materiais higroscópicos. Nesta condição, pode ser necessário a utilização de um desumidificador de ambiente.

NIVELAMENTO

Deve ser ajustado antes do início dos trabalhos. É verificado pela centralidade das bolhas de ar.





FONTES DE VIBRAÇÃO

Vibrações da estrutura predial podem influenciar nas pesagens. Isto pode ocorrer durante a utilização de algum equipamento, por exemplo, um moinho vibratório ou ainda em uma reforma. Neste caso, a boa prática é interromper o trabalho da fonte de vibração ou aguardar até que seja finalizado para iniciar a pesagem.

2. Calibração x Verificação Intermediária x "Auto-calibração"

Ao utilizarmos a balança como instrumento de medida, dizemos que o método analítico em questão é rastreável à massa. A rastreabilidade metrológica é a propriedade que garante que um resultado metrológico seja comparado a outro. Por exemplo, ao confrontamos resultados de diferentes laboratórios em um programa interlaboratorial ou ao analisarmos resultados ao longo do tempo. Esta propriedade é conferida por meio da **calibração**, permitindo que o resultado possa ser relacionado a uma referência através de uma cadeia ininterrupta e documentada, conforme ilustrado na Figura 1. O laboratório deve estabelecer uma periodicidade para a calibração, de acordo com o uso da balança. Em geral este procedimento é realizado por laboratório externo especializado.

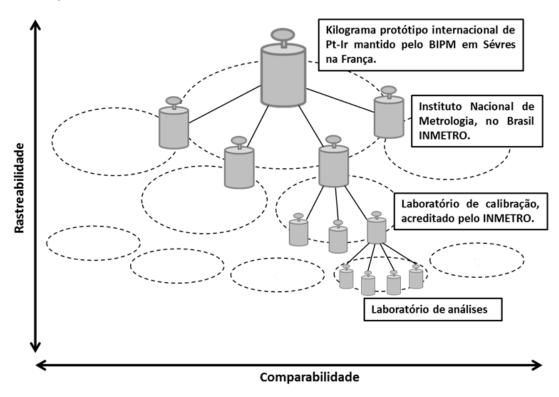


Figura 1. Estabelecimento da rastreabilidade metrológica na medida de massa. Adaptado de BARWICK e WOOD (2010).

A **verificação intermediária** é um procedimento realizado pelo analista, de forma periódica ou antes das pesagens, com o objetivo de checar a validade da calibração no período entre as calibrações. É realizado com massas padrões calibradas na faixa de uso.

Algumas balanças analíticas modernas possuem um mecanismo de **"auto-calibração"**. O acionamento deste mecanismo não é uma calibração, tampouco uma verificação da calibração. Tratase de um ajuste fino de sensibilidade às variações ambientais de temperatura. É recomendado se durante as pesagens a temperatura variar mais do que 0,5°C.

3. Excentricidade

Existem diferenças no valor lido de acordo com o posicionamento da massa no prato da balança. Para garantir maior precisão nos resultados é importante centralizar cuidadosamente os objetos a serem pesados no prato da balança.

4. Equilíbrio Térmico

Diferenças de temperatura ocasionam a formação de correntes de convecção que influenciam as pesagens. Se a amostra estiver quente haverá corrente de ar quente no sentido contrário à força peso, resultando em uma indicação de massa mais leve na balança. Se a amostra estiver fria o sentido da corrente é inverso, então a leitura indica uma massa maior (Figura 2).

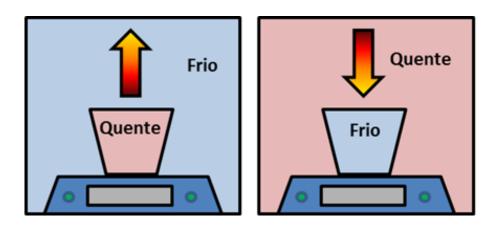


Figura 2. Correntes de convecção ocasionadas por diferenças de temperatura na amostra.

5. Manipulação de materiais

O contato com a pele pode deixar uma película de gordura higroscópica sobre os materiais que proporciona aumento de massa. Para a pesagem de massas pequenas ou com necessidade de alta resolução manipular os frascos de pesagem utilizando-se de luvas ou pinças.

6. Recipientes de pesagem

Na pesagem de sólidos higroscópicos ou líquidos voláteis utilizar recipientes com tampa. Ao transferir líquidos, atenção para evitar respingos. Limpar imediatamente qualquer derramamento de líquido, pois além de influenciar na pesagem, líquidos corrosivos danificarão balança.

Quanto menor é o recipiente utilizado, melhor a distribuição de massa e, portanto, menor o erro de excentricidade. No caso de líquidos, recipientes de boca estreita reduzem a evaporação.

Recipientes feitos de materiais isolantes elétricos, como o plástico e o vidro, podem ser eletrostaticamente carregados. Este fenômeno ocorre devido à fricção durante o transporte e manipulação de materiais, principalmente no caso de pó ou grãos, e é especialmente verificado nos dias em que a umidade relativa do ar é inferior a 40%. O fluxo de cargas pode provocar alterações na indicação da balança. Para mitigar este efeito, sempre que possível, pesar materiais sólidos em navículas metálicas e evitar a fricção de materiais.

7. Pesagem de materiais magnéticos

Se um material magnético estiver sendo pesado, a atração mútua entre as partículas do material exercem forças magnéticas sobre o prato da balança que podem ser erroneamente verificadas como ganhos de massa. Como a ação das forças magnéticas diminui com a distância, uma dica de pesagem é utilizar um material não magnético como suporte, para distanciar a amostra do prato da balança, e envolver o material pesado com papel alumínio.

8. Correção devido ao empuxo do ar

Conforme apresentado na Coluna Técnica LRM 01/2013 – "Pesagem em química analítica: Correção de Empuxo", o efeito do empuxo do ar sobre a pesagem pode ser corrigido.

Na Figura 3 são apresentadas as resultantes de força para a pesagem de um líquido. Note que o efeito do empuxo do ar (E) sobre o recipiente de pesagem é desprezado, desde que o recipiente seja tampado nas duas etapas. Isto ocorre porque o volume de ar deslocado pelo frasco é o mesmo na tara e na pesagem do líquido.

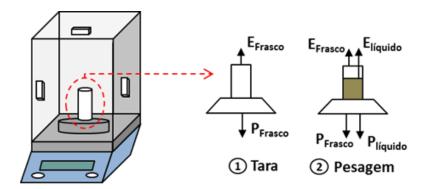


Figura 3. Resultante de forças na pesagem de um líquido

$$F_{R1} = P_{frasco} - E_{frasco}$$

$$F_{R2} = P_{frasco} + P_{liquido} - E_{frasco} - E_{liquido}$$

$$F_{R} = F_{R2} - F_{R1}$$

$$F_{R} = P_{liquido} - E_{liquido}$$

REFERÊNCIAS

- BARWICK, V.; WOOD, S. Achieving metrological traceability in chemical and bioanalytical measurement. **Journal of Analytical Atomic Spectroscopy**, n.25, p.785-799, 2010.
- JONES, F.E.; SOONOVER, R.M. Handbook of mass measurement. CRC Press. London, 2002.
- METTLER TOLEDO. Weighing the right way with Mettler Toledo: The proper way to work with eletronic analytical microbalances, Switzerland, 1998.
- OIML R 111-1: 2004 (E) Weights of classes E1, E2, F1, F2, M1, M1-1, M2, M2-3 and M3.
- SKOOG, D.A; WEST, D.M; HOLLER, F.J.; CROUCH, R.C. **Fundamentos da Química Analítica**. 8 ed. São Paulo: Thomson, 2007.
- VIM International vocabulary of metrology Basic and general concepts and associated terms. 3rd, 2012.
- ZUCCHINI, R.R. Pesagem em química analítica: Correção de Empuxo. Nota Técnica LRM 01/2013. Disponível em http://www.iptlrm.com.br/#!publicacoes/c17jc.





Laboratório de Referências Metrológicas Centro de Química e Manufaturados Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo

> Av. Prof. Almeida Prado 532 -Prédio 31 – 2º andar Cidade Universitária - Butantã 05508-901 - São Paulo - SP - Brasil

Irm@ipt.br

https://tr.im/lrmportal https://tr.im/lrm