Ensaio	SiO_2 achado (%)	Erro relativo (%)
1	65,56	+0,11
2	65,59	+0,15
3	65,33	-0,24
4	65,46	-0,05
5	65,63	+0,21
6	65,43	-0,10

Coeficiênte de variação: 0,17%

**A amostra padrão continha 65,49% de SiO_2 (valor usado na avaliação dos erros relativos e do coeficiente de variação).*

Tab. 2 — Resultados obtidos em amostras de feldspato sódico*

inferiores a 0,25%, com um coeficiente de variação de 0,17%. Presumivelmente, o processo poderia ser algo melhorado mediante uso de um padrão de referência mais concentrado, uso de uma solução da amostra mais próxima da absorbância relativa zero e tomadas de alíquotas da amostra por pesagem.

Os estágios preliminares do processo analítico asseguram a eliminação de substâncias interferentes, tais como fósforo, titânio e zircônio frequentemente encontrados em baixos níveis em rochas e silicatos minerais.

Em conclusão, o processo descrito é próprio para a determinação de sílica em silicatos contendo fósforo, titânio e zircônio (até os níveis antes indicados) com boa precisão e exatidão. A análise total pode ser efetuada em menos de cinco horas.

AGRADECIMENTO

Os autores agradecem a ajuda recebida da Pró-Reitoria de Pós-Graduação e Pesquisa da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, através do Plano Especial de Química, e do Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico.

[1] J. D. M. Strickland, J. Am. Chem. Soc., 74, 862, 868, 872 (1952).
[2] V. W. Truesdale, C. J. Smith, Analyst, **100**, 203, 797 (1975); **102**, 73 (1977); **104**, 897 (1979).
[3] H. E. Garrett e A. J. Walker, Analyst, **89**, 642 (1964).
[4] A. Ringbom, P. E. Ahlers e S. Sutonen, Anal. Chim. Acta, **20**, 78 (1959).
[5] L. D. Dolaberidze, D. K. Kamkamidze e P. A. Tauglikh, Trudy kauk. Inst. min. Syr'ya, 8(10), 151 (1970).
[6] O. A. Ohlweiler, J. O. Meditsch, S. Silva e J. H. Oderich, Anal. Chim. Acta, **69**, 228 (1974).
[7] R. Bastian, Anal. Chem., **21**, 972 (1949).
[8] C. F. Hiskey, Anal. Chem., **21**, 1440 (1949).
[9] R. Bastian, R. Weberley e L. Palilla, Anal. Chim., **22**, 160 (1950).
[10] O. Samuelson, Ion Exchange Separations in Analytical Chemistry, Willey, N. York, 1963, pag. 165.

NOTA TÉCNICA

SISTEMA PARA DETERMINAÇÃO SEMI–MICRO DE DENSIDADES A TEMPERATURAS VARIÁVEIS

Rosane A.S. San Gil, R. Bicca de Alencastro e Adelina Costa Neto

Instituto de Química da Universidade Federal do Rio de Janeiro
Rio de Janeiro, RJ. – Brasil

(Recebido em 02/12/80)

Medidas de densidade são geralmente problemáticas quando se dispõe de pequenos volumes de amostra. O problema se agrava quando há necessidade de se efetuarem medidas a temperaturas diferentes daquelas comumente tabeladas. Tivemos, em nosso laboratório, necessidade de medir a densidade de volumes reduzidos (em torno de 5ml) de líquido puros e de soluções a diferentes temperaturas, o que eliminava o uso de picnômetros, calibrados normalmente para 20 ou 25°C. A presente nota descreve um sistema, de construção simples e pouco dispendiosa que, utilizando equipamentos comuns de laboratório, resolveu satisfatoriamente o problema.

Baseada no princípio da balança de Westphal (Farrington, 1949), foi projetada e construída uma aparelhagem composta de uma peça de vidro (Figura 1), onde é colocado o líquido cuja densidade se pretende medir, e de uma peça de aço inoxidável (Figura 2), que funciona como mergulhador. A peça de vidro dispõe de entrada e saída para água termostatizada (podendo-se eventualmente usar qualquer outro fluído), e capacidade para 3 a 5ml de amostra; o mergulhador é uma peça cilíndrica, cujas dimensões foram calculadas para que o volume de líquido deslocado fosse 0,5ml.

Para medir os empuxos, foi usada uma balança analítica de dois pratos. Como o braço da balança não podia ser removido, houve necessidade de se utilizar um pequeno suporte de madeira, desmontável (Figura 3), a fim de manter a peça de vidro independente do prato. O mergulhador foi preso ao braço da balança por um fio de cabelo humano previamente desengordurado (com etanol anidro), sendo sua massa considerada desprezível em relação à do mergulhador.

A temperatura do sistema foi controlada e mantida constante com um termostato de fabricação Brookfield. A aferição do volume do mergulhador foi feita com água bidestilada (Tabela I). A partir destes dados e após tratamento estatístico, o volume do mergulhador foi calculado como 0,5158± 0,0001ml.

T (°C)	Densidade tabelada*(g/ml)	Empuxo medido**(g)	Volume**(ml)
30,1	0,9956	0,5135	0,5156
31,1	0,9953	0,5132	0,5156
33,0	0,9947	0,5130	0,5157
35,0	0,9941	0,5128	0,5158
37,0	0,9934	0,5125	0,5159
37,8	0,9931	0,5123	0,5159
40,0	0,9923	0,5123	0,5163

*Perry, 1963.
**Cada Valor é a média de pelo menos cinco medidas experimentais. A quarta casa é estimada.

Tabela I — Aferição do Volume do Mergulhador

A precisão da medida de densidade foi determinada com o uso de óleos padrões ASTM de densidades conhecidas (Tabela II).

Óleo padrão ASTM	t (°C)	Densidade tabelada (g/ml)	Densidade experimental* (g/ml)
S–3	37,8	0,8257	0,8257 ± 0,0003
S–3	40,0	0,8241	0,8240 ± 0,0003
S–20	37,8	0,8473	0,8470 ± 0,0008
S–20	40,0	0,8459	0,8459 ± 0,0003

*Cada valor tabelado é a média de pelo menos quatro medidas experimentais.

Tabela II — Cálculo da Precisão das Medidas de Densidade

A boa correspondência entre os resultados experimentais e os valores tabelados, demonstram que o sistema é suficientemente preciso para a maior parte das medidas de densidade habitualmente executadas em laboratório.

BIBLIOGRAFIA

D. Farrington, et al. (1949) *Experimental Physical Chemistry*. 4.ed., New York, MacGraw-Hill. p. 430-2.

J. H. Perry, (1963) *Chemical Engineer's Handbook*. 4.ed., New York, McGraw-Hill. sec. 3-70.

Agradecimentos:

Os autores agradecem aos químicos Jorge R. Fleming e César S. Vieira pelo auxílio técnico prestado, ao Sr. Guilherme Hartmann pela confecção da peça de vidro, à CAPES por uma bolsa de Pós-Graduação (R.A.S. San Gil) e ao CEPG da UFRJ, por apoio financeiro.

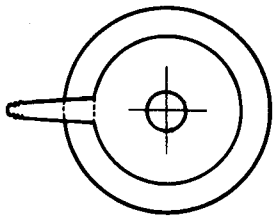

Fig. 1 - Aparelho para medidas de densidade (dimensões em mm)

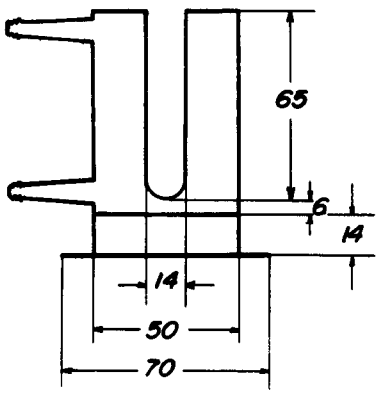

Fig. 2 - Mergulhador

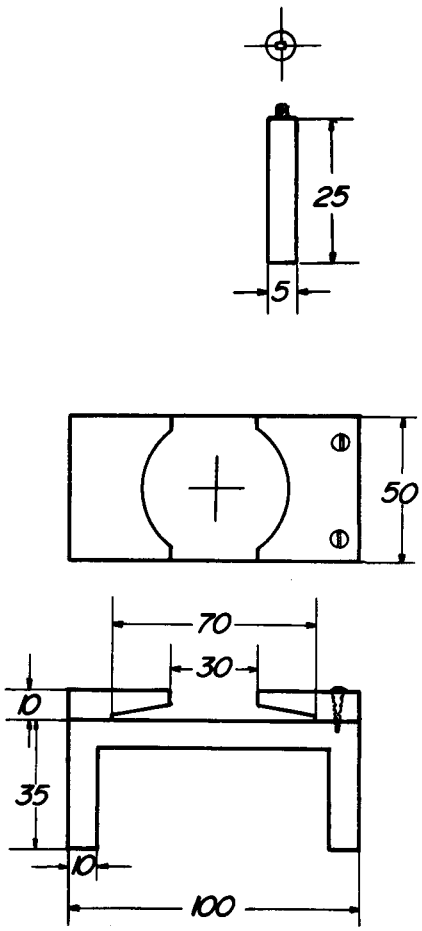

Fig. 3 - Suporte (madeira) da aparelhagem