

RELATÓRIO DO PREPARO DAS AMOSTRAS DE MATERIAL INCONSOLIDADO
289339/2017
Processo Comercial N° 8424/2017

DADOS REFERENTES AO CLIENTE

Empresa solicitante:	Fundação Renova
Endereço:	Avenida Avenida Getúlio Vargas, 671 - 4º Andar - Sala 400 - FUNCIONARIOS - Belo Horizonte - MG - CEP: 30.112-021
Nome do Solicitante:	Naira da Conceicao Caetano Gamonal

IDENTIFICAÇÃO DO PROJETO:

Preparo das Amostras do Material Inconsolidado

Ensaio Solicitado

Tratamento das amostras através da partição com clorofórmio

Data da Coleta das Amostras

26/09/2017

Data de início dos testes

29/09/2017

Data de Conclusão

24/11/2017

1. OBJETIVO

Preparo das amostras do Material Inconsolidado de acordo com especificação técnica constante no escopo de serviços: **“PRESTAÇÃO DE SERVIÇOS DE ANÁLISE DE “MATERIAL INCONSOLIDADO” – COLOIDE”**.

2. AMOSTRAS RECEBIDAS E TRATAMENTO:

Amostra: SD-01

Retirou-se uma alíquota de cerca de 30 mL para as análises na amostra em sua forma tal qual. Esta amostra foi recebida sob o Cód. 6790117 (N. relatório 289339/2017)

O restante da amostra (500 mL) foi particionado com clorofórmio J.T.Baker, grau HPLC Lote 0000136051 – Validade 31/01/2021 em igual proporção. A partição foi realizada em frasco tipo Schott ao invés de funil de separação devido à presença de sólidos na amostra.



Figura 1 – Extração com clorofórmio em frasco Schott

Após separação das fases, a fase com o clorofórmio foi transferida, com o auxílio de uma pipeta de vidro, para tubos de centrifuga para término de sedimentação.

O clorofórmio então foi transferido para balão de evaporação e o mesmo foi evaporado sob vácuo até quase seca, a quantidade final de clorofórmio foi evaporada já em vial de 2 mL até seca com o auxílio de nitrogênio

A fração aquosa separada na centrifugação, bem como o material sedimentado foi juntado com a fração aquosa inicial do frasco Schott e evaporada até seca:

Frações	Aquosa	Clorofórmio
Código Atribuído	6870685	6870657
Número do Relatório	-	303880/2017
Tara (g)	-	2,4924
Peso Final (g)	303880/2017	2,5000
Massa obtida (g)	>500	0,0076



Figura 2 – Extrato da fração com clorofórmio e extrato da fração aquosa

Amostra: SD-01 A (Duplicata)

Retirou-se uma alíquota de cerca de 30 mL para as análises na amostra em sua forma tal qual. Esta amostra foi recebida sob o Cód. 6790118 (N. relatório 289341/2017)

O restante da amostra (500 mL) foi particionado com clorofórmio J.T.Baker, grau HPLC Lote 0000136051 – Validade 31/01/2021 em igual proporção. A partição foi realizada em frasco tipo Schott ao invés de funil de separação devido a presença de sólidos na amostra.



Figura 3 – Extração com clorofórmio em frasco Schott

Após separação das fases, a fase com o clorofórmio foi transferida, com o auxílio de uma pipeta de vidro, para tubos de centrifuga para centrifugação e término de sedimentação.

O clorofórmio então foi transferido para balão de evaporação e o mesmo foi evaporado sob vácuo até quase securo, a quantidade final de clorofórmio foi evaporada já em vial de 2mL até securo com o auxílio de nitrogênio

A fração aquosa separada na centrifugação, bem como o material sedimentado foi juntada com a fração aquosa inicial do frasco Schott e evaporada até securo:

Frações	Aquosa	Clorofórmio
Código Atribuído	6870686	687058
Número do Relatório	303886/2017	303881/2017
Tara (g)	-	2,5048
Peso Final (g)	-	2,5138
Massa obtida (g)	>500	0,0090



Figura 4 – Extrato da fração com clorofórmio e extrato da fração aquosa

Amostra: SD-03

Retirou-se uma alíquota de cerca de 30 mL para as análises na amostra em sua forma tal qual. Esta amostra foi recebida sob o Cód. 6790116 (N. relatório 289338/2017)

O restante da amostra (500 mL) foi particionado com clorofórmio J.T.Baker, grau HPLC Lote 0000136051 – Validade 31/01/2021 em igual proporção. A partição foi realizada em béquer ao invés de funil de separação devido a presença de sólidos na amostra.



Figura 5 – Extração com clorofórmio em frasco Schott

Após separação das fases, a fase com o clorofórmio foi transferida, com o auxílio de uma pipeta de vidro, para tubos de centrifuga para centrifugação e término de sedimentação.

O clorofórmio então foi transferido para balão de evaporação e o mesmo foi evaporado sob vácuo até quase securo, a quantidade final de clorofórmio foi evaporada já em vial de 2 mL até securo com o auxílio de nitrogênio

A fração aquosa separada na centrifugação, bem como o material sedimentado foi juntado com a fração aquosa inicial do béquer e evaporada até securo:

Frações	Aquosa	Clorofórmio
Código Atribuído	6870667	6870646
Número do Relatório	30884/2017	303879/2017
Tara (g)	-	2,5158
Peso Final (g)	-	2,5252
Massa obtida (g)	>500	0,0094

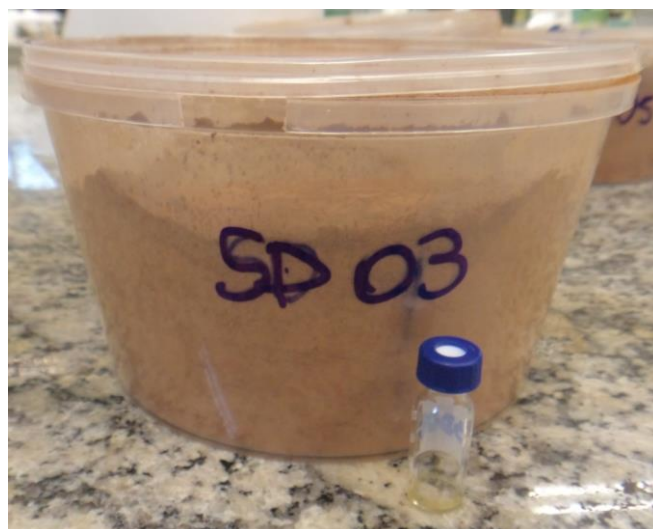


Figura 6 – Extrato da fração com clorofórmio e extrato da fração aquosa

Amostra: SD-04

Retirou-se uma alíquota de cerca de 30 mL para as análises na amostra em sua forma tal qual. Esta amostra foi recebida sob o Cód. 6790088 (N. relatório 289335/2017)

O restante da amostra (300 mL) foi particionado com clorofórmio J.T.Baker, grau HPLC Lote 0000136051 – Validade 31/01/2021 em igual proporção. A partição foi realizada em béquer ao invés de funil de separação devido a presença de sólidos na amostra.

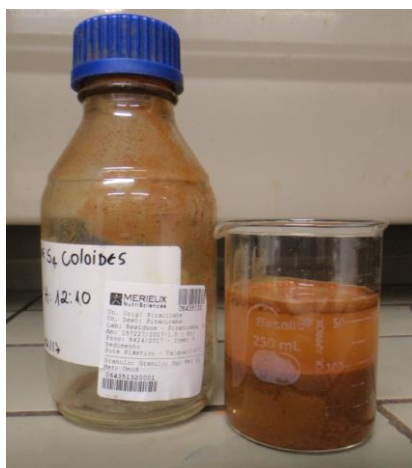


Figura 7 – Extração com clorofórmio em frasco Schott

Após separação das fases, a fase com o clorofórmio foi transferida ,com o auxílio de uma pipeta de vidro, para tubos de centrifuga para centrifugação e término de sedimentação.

O clorofórmio então foi transferido para balão de evaporação e o mesmo foi evaporado sob vácuo até quase secura, a quantidade final de clorofórmio foi evaporada já em vial de 2mL até secura com o auxílio de nitrogênio.

A fração aquosa separada na centrifugação, bem como o material sedimentado foi juntado com a fração aquosa inicial do béquer e evaporada até seca:

Frações	Aquosa	Clorofórmio
Código Atribuído	6870687	6870660
Número do Relatório	303887/2017	30882/2017
Tara (g)	-	2,5109
Peso Final (g)	-	2,5163
Massa obtida (g)	>500	0,0054

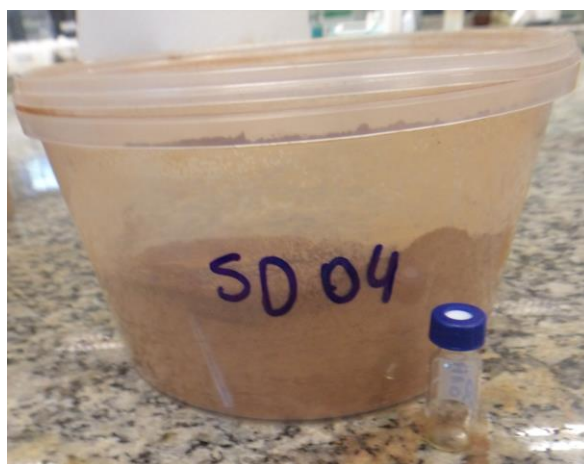


Figura 8 – Extrato da fração com clorofórmio e extrato da fração aquosa

Amostra: SD-05

Retirou-se uma alíquota de cerca de 30 mL para as análises na amostra em sua forma tal qual. Esta amostra foi recebida sob o Cód. 6790115 (N. relatório 289337/2017)

Uma parte do restante da amostra (500 mL) foi particionado com clorofórmio J.T.Baker, grau HPLC Lote 0000136051 – Validade 31/01/2021 em igual proporção. A partição foi realizada em do frasco Schoot ao invés de funil de separação devido a presença de sólidos na amostra.



Figura 9 – Extração com clorofórmio em frasco Schott

Após separação das fases, a fase com o clorofórmio foi transferida, com o auxílio de uma pipeta de vidro, para tubos de centrifuga para centrifugação e término de sedimentação.

O clorofórmio então foi transferido para balão de evaporação e o mesmo foi evaporado sob vácuo até quase securo, a quantidade final de clorofórmio foi evaporada já em vial de 2 mL até securo com o auxílio de nitrogênio

A fração aquosa separada na centrifugação, bem como o material sedimentado foi juntado com a fração aquosa inicial do frasco Schott e evaporada até securo:

Frações	Aquosa	Clorofórmio
Código Atribuído	6870688	6870662
Número do Relatório	303888/2017	303883/2017
Tara (g)	-	2,5097
Peso Final (g)	-	2,5160
Massa obtida (g)	>500	0,0063

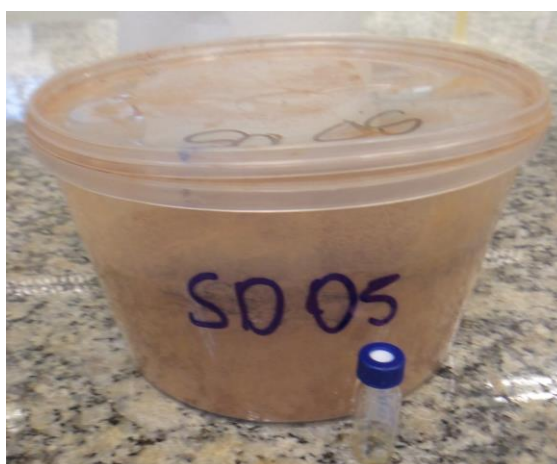


Figura 10 – Extrato da fração com clorofórmio e extrato da fração aquosa

3. ANÁLISES REALIZADAS

Em função da pequena massa obtida para os extratos da partição com clorofórmio, algumas análises inicialmente contratadas não puderam ser executadas. O quadro abaixo mostra os ensaios que puderam ser executados nas amostras de acordo com o tipo de ensaio que pode ser realizado:

Quadro 1: Análises realizadas nas amostras recebidas e extratos preparados

ID Amostra	Amostras TQ recebidas	Extrato Inorgânico	Extrato Orgânico
Condutividade	OK		
Enxofre		OK	
Granulometria	OK		
Mercúrio	OK	OK	
Metais	OK	OK	
Nitrog. Total Kjeldahl	OK	OK	
Nitrogênio Amoniacal	OK	OK	
Nitrogênio Total	OK	OK	
pH	OK		
Sólidos Totais	OK		
Carbono Orgânico		OK	
FT-IR, DRX, FRX e CHNS (*)	OK	OK	
FT-IR (*)			OK

(*): Análise realizada no laboratório DEQ – UNICAMP, relatórios R_17_645_FT-IR, R_17_645_DRX, R_17_645_XRF e R_17_645_CHNS

Em anexo a este relatório, seguem relatórios de ensaio Bioagri, Relatórios de Ensaio DEQ – UNICAMP e Cadeias de Custódia

4. ASSINATURA DE APROVAÇÃO



Marcos Ceccatto
Diretor Técnico
CRQ 04364387– 4ª Região