

## Capítulo 4

### Procedimento experimental

#### 4.1. Coleta e preparação das amostras

A primeira coleta foi iniciada em setembro de 2004 no Município de Itu (poço I). No Município de Salto as coletas só foram iniciadas em novembro de 2004 (poço S) e em dezembro de 2004 (poço SY), devido às dificuldades em se encontrar poços com os requisitos necessários para o desenvolvimento da pesquisa, ou seja, que cortassem granitos da Suíte Intrusiva de Itu e que os proprietários dessem autorização para a coleta mensal de água. A partir de então, as coletas foram realizadas mensalmente, durante um ano, com o objetivo de verificar uma possível variação nas concentrações dos radioisótopos de urânio dissolvidos nestas águas, decorrente das mudanças sazonais.

Os galões para a coleta das águas (figura 4.1), cada um com 50 L de capacidade, foram previamente lavados e descontaminados por um período mínimo de 24 horas. A solução de descontaminação consiste em ácido nítrico diluído de maneira que o pH final da solução seja inferior a 2,0 (CETESB, 1987; EATON et al., 1995).

Apenas para um dos poços de Salto (S), cujas águas têm concentração de urânio mais baixa, foi necessário coletar um volume de 100 L, nos outros dois poços 50 L foram suficientes. Antes da coleta das amostras, a água do poço foi escoada por cerca

---

de 20 minutos para eliminar a água estagnada na tubulação e garantir que a água coletada fosse representativa do aquífero. A partir de então foram coletadas as quantidades necessárias de água de cada poço e efetuadas *in situ* as medidas de propriedades físico-químicas da água, como a sua temperatura, o pH e o Eh.



**Figura 4.1 - Galões de polietileno utilizados para a coleta das amostras.**

Após a coleta, o mais rapidamente possível, as amostras passaram pelo processo de filtragem no laboratório para eliminar materiais particulados e colóides. Em uma primeira etapa, realizou-se uma pré-filtragem com filtro AP20 com porosidade de 0,8 a 8  $\mu\text{m}$  da marca Milipore, para retirar a matéria em suspensão. Em seguida, foi realizada uma nova filtragem, com um filtro de membrana HA em éster de celulose, com 0,45  $\mu\text{m}$  de poro e 47 mm de diâmetro, também da marca Milipore, para retirada das possíveis partículas coloidais (BENES, 1990), sendo ambas as etapas de filtragem realizadas a vácuo (figura 4.2). Depois deste processo, 800 mL de água de cada poço foram separadas para a determinação dos sólidos totais dissolvidos (STD).

Terminada a filtração, as amostras foram acidificadas, com ácido nítrico concentrado, até a obtenção de pH por volta de 2, para evitar a adsorção dos diversos radionuclídeos presentes nas paredes do recipiente e retardar a ação biológica, como o desenvolvimento de fungos. Desse modo, as amostras ficaram armazenadas até o final do processo de evaporação em galões previamente descontaminados. Preservadas dessa maneira permanecem estáveis por vários meses (SMITHSON, 1990).

A seguir, cada alíquota de 20 L de água foi evaporada até um volume adequado para a realização do processamento radioquímico (cerca de 1 L), sendo que o tempo necessário para o processo de evaporação variou de 10 a 20 dias.



**Figura 4.2 - Sistema de filtração.**

## **4.2 Métodos analíticos**

Para determinar tanto a concentração de urânio quanto as razões de atividade ( $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ ) na fração solúvel das amostras coletadas, o método utilizado foi a

espectrometria alfa, que permite essas determinações com elevados níveis de precisão e exatidão, conforme requerido para as interpretações geofísicas. Este método requer um processamento radioquímico minucioso para a eliminação de outros elementos químicos presentes na amostra e que interferem na determinação. Geralmente para a separação química são necessárias várias etapas, que incluem a pré-concentração de urânio, separação de outros elementos, purificação do elemento em análise e preparação dos alvos radioativos.

#### **4.2.1 Espectrometria Alfa**

A espectrometria alfa é uma das técnicas utilizadas para quantificar o desequilíbrio radioativo, pois diversos radioisótopos pertencentes às três séries naturais de decaimento são emissores alfa. Através dessa técnica é possível determinar-se qualitativa e quantitativamente os radioisótopos presentes na amostra, pois ela consiste na detecção e medida da energia das partículas alfa por meio de um processo de interação com o detector.

O uso dessa técnica para determinação dos isótopos requer um elevado grau de purificação química, ou seja, a separação dos radioisótopos emissores alfa de outros elementos presentes na matriz geológica, com rendimentos químicos razoáveis. É necessário confeccionar uma fonte fina, pura, compacta e uniforme de modo a reduzir ao máximo a espessura do alvo a ser contado, já que as partículas alfa apresentam curto alcance por interagir com o meio (KNOLL, 1989). Para tanto, é necessário eliminar

---

os radioisótopos interferentes, como, por exemplo, o ferro (KRESSIN, 1977), os quais podem acabar por espessar o alvo radioativo.

Além disso, como a energia de alguns radioisótopos da serie do urânio e do tório são muito próximas, como, por exemplo, o  $^{230}\text{Th}$  ( $E = 4,68 \text{ MeV}$ ) e o  $^{234}\text{U}$  ( $E = 4,77 \text{ MeV}$ ) e o  $^{238}\text{U}$  ( $E = 4,20 \text{ MeV}$ ) e o  $^{232}\text{Th}$  ( $E = 4,01 \text{ MeV}$ ) é impossível a discriminação dos picos de certos radioisótopos de urânio e de tório, como pode ser observado na figura 4.3, tornando-se então necessária a separação destes dois elementos químicos.

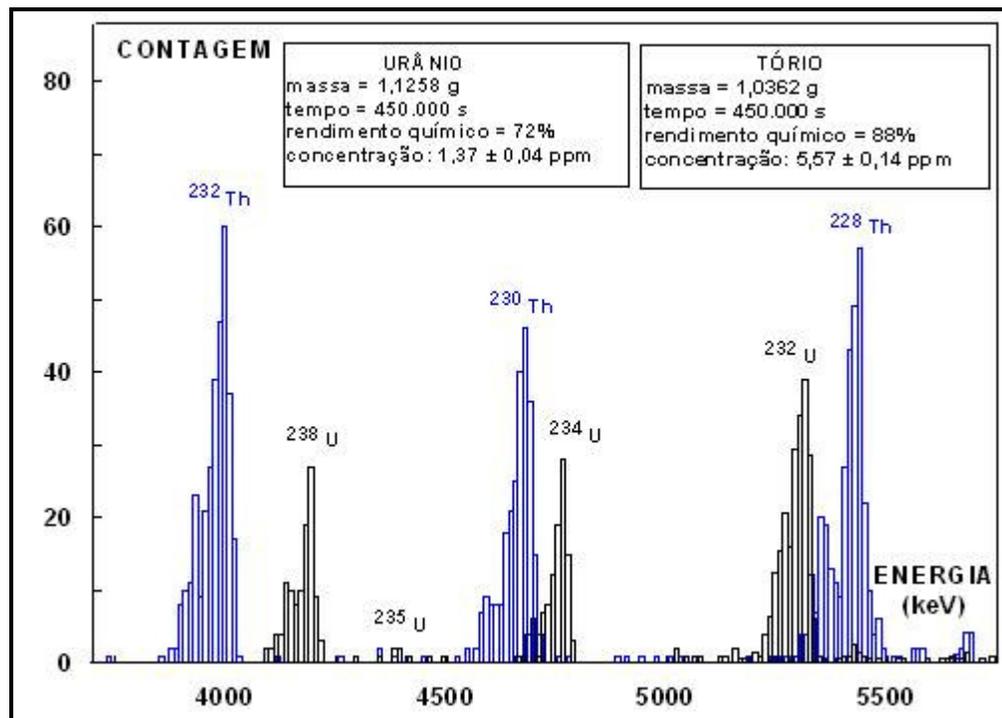


Figura 4.3 - Superposição de espectros alfa de U e de Th, obtidos experimentalmente, na análise de amostras geológicas (Santos, 2001).

#### 4.2.2. Processamento químico

O processamento químico realizado seguiu o mesmo procedimento descrito por Reyes (2004), cada alíquota de 1 L (correspondente a um volume inicial de 20 L) foi dividida em duas de volume aproximadamente iguais e em cada uma delas foi acrescentada uma quantidade conhecida (entre 0,2 e 0,4 gramas) de um traçador de  $^{232}\text{U}$ , com atividade específica de  $(0,68 \pm 0,02)$  Bq/g. Este traçador foi utilizado para determinar a perda de urânio durante o procedimento experimental, ou seja, para calcular o rendimento químico.

A amostra, acrescida do traçador e de 6 mL de carregador de ferro, com concentração 0,090M, em meio de HCl 9M, foi aquecida a aproximadamente 80°C, e hidróxido de ferro foi precipitado, pela adição de hidróxido de amônio (PA) à solução, o que elevou o pH até 7 – 8. Neste pH, o hidróxido de ferro precipita e arrasta o urânio presente, que é co-precipitado nesse processo, assim como outros elementos, tais como o bário, manganês, etc. (VOGEL, 1992).

Após a precipitação, a amostra permaneceu em repouso por um período de 12 horas, para garantir-se a precipitação quantitativa do precipitado e sua decantação. Após este período de digestão, a amostra foi filtrada com papel de filtragem quantitativa, de porosidade 7,5  $\mu\text{m}$ , diâmetro 185 mm e gramatura de 85 g/m<sup>2</sup>. Para a solubilização do precipitado, que apresenta textura gelatinosa, foi utilizado HCl 9N em quantidade suficiente para retirar o ferro retido, em geral cerca de 80 mL. Para a lavagem do precipitado, utilizaram-se 300 mL de água destilada com pH 7, distribuídos em 3 alíquotas de 100 mL, a fim de se garantir uma lavagem efetiva.

A solução obtida foi utilizada na etapa de cromatografia de troca iônica para a separação do ferro, tório e outros interferentes, e purificação do urânio. Nesta técnica, a reação de troca iônica ocorre em virtude da propriedade de alguns materiais sólidos (trocadores iônicos) permutarem seus íons de mesma carga com os presentes na fase líquida.

Para separar e purificar o urânio, a solução foi percolada em uma coluna de vidro de 10 cm de comprimento e 15 mm de diâmetro, preenchida com aproximadamente 10 cm<sup>3</sup> de resina aniônica AG 1-X8 (100-200 mesh), fortemente básica, de porosidade média, densidade de 0,75 g/mL e capacidade total de 1,2 mEq/L.

Antes do primeiro uso, a resina foi lavada com água destilada e decantada, para eliminar possíveis partículas finas, que podem entupir a coluna. Após este processo a resina é transferida para as colunas contendo lã de vidro na base. Após a transferência da resina para as colunas é também colocada lã de vidro na parte superior para evitar a suspensão de partículas. A figura 4.4 mostra as colunas utilizadas.

Antes da utilização, cada coluna contendo resina foi lavada com 100 mL de água destilada e, em seguida, pré-condicionada com 40 mL do mesmo ácido no qual a amostra foi solubilizada, ou seja, HCl 9N. A seguir, percolou-se a solução, obtida na etapa anterior na resina, que nesta condição retém U e Fe (Anderson & Fleer, 1982). Após esse procedimento, cada coluna foi, então, lavada três vezes com 10 mL de HCl 9N, sendo todo o efluente descartado. A seguir, o Fe retido na resina foi eluído com 40 mL de HNO<sub>3</sub> 8N. Em seguida, o U foi eluído com 100 mL de HCl 0,1N. Sempre mantendo constante a vazão de 8 gotas por minuto.

---



**Figura 4.4 - Colunas aniônicas utilizadas na separação química.**

Como o Fe é um forte interferente na eletrodeposição e algumas amostras ainda apresentavam uma coloração levemente amarelada, mesmo após a separação cromatográfica, foi adotada a rotina de purificação do urânio em todas as amostras, ou seja, o processo de percolação da solução pela resina foi repetido. Para tanto, a solução obtida na etapa de eluição cromatográfica foi evaporada a securo, recuperada em HCl 9N, e novamente percolada na resina, mas utilizando-se 30 mL de HNO<sub>3</sub> 8N (ao invés de 40 mL) para evitar perdas de U quando o Fe foi eluído. De acordo com Reyes (2004), a purificação adicional acarreta apenas uma leve diminuição do rendimento químico.

Após alguns testes, verificou-se que a etapa de precipitação do hidróxido de ferro mostrou-se mais eficiente, dispensando a purificação do urânio, quando realizada a 100°C. Neste caso, após a adição do carregador de Fe, aqueceu-se a solução até que fosse atingida esta temperatura e, em fervura, adicionou-se, de modo muito cuidadoso e lento, hidróxido de amônio até a formação de precipitado, atingindo-se pH entre 7 e 8.

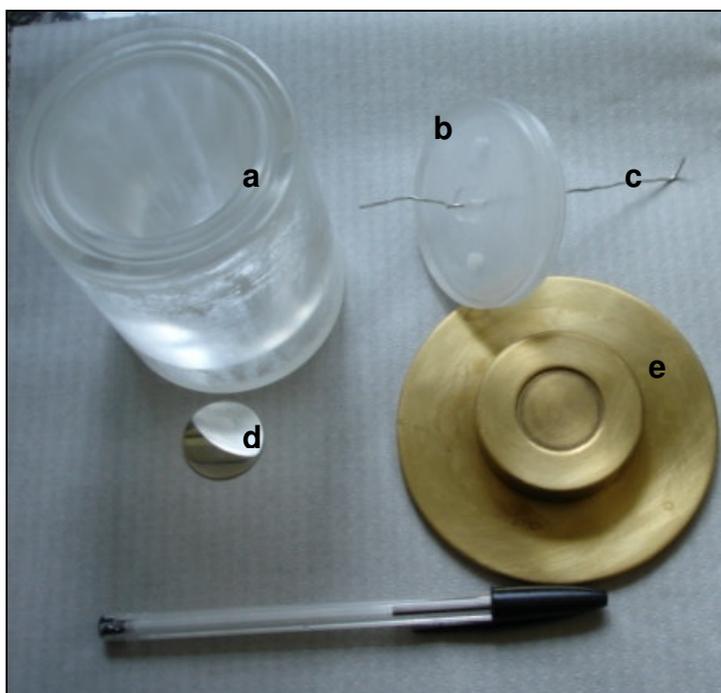
Esse procedimento diminuiu a textura gelatinosa que o precipitado apresentava no procedimento anterior.

Com o intuito de evitar a contaminação das amostras a serem analisadas posteriormente com U e Th que pudessem ficar retidos na etapa de separação cromatográfica, realizou-se a lavagem das resinas utilizadas logo após o uso.

O procedimento adotado consistiu em lavar a resina com 100 mL de água destilada e, em seguida percolar 50 mL das soluções de NaOH 3M, HNO<sub>3</sub> 6M e HCl 6M, nesta seqüência e intercalando-se 100 mL de água destilada a cada mudança de solução. Após isso, verificou-se o pH da água que saiu da coluna que devia estar entre 5 e 6, caso contrário era necessário percolar mais água até atingir essa faixa.

O procedimento utilizado para a eletrodeposição do U é uma simplificação do proposto por Hallstadius (1984). A solução contendo U foi evaporada até quase a secura e recuperada em 1 mL de solução de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,3M. Esta solução foi, então, evaporada à secura e o resíduo foi dissolvido com 0,3 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado. Feito isto, foi acrescentado 5 mL de água destilada e duas gotas de azul de timol à solução. Esta solução foi, então, aquecida e o seu pH, ajustado para um valor entre 2,1 e 2,4, acrescentando-se algumas gotas de NH<sub>4</sub>OH concentrado. A figura 4.5 apresenta o sistema de eletrodeposição utilizado.

---



**Figura 4.5 - Sistema de eletrodeposição utilizado para o preparo das fontes alfa (a - célula aniônica de lucite com fundo rosqueável, b – tampa da célula, c – ânodo de platina, d – disco de aço inoxidável polido, e – base de latão com rosca / cátodo).**

A seguir, a solução final foi transferida para a célula de eletrodeposição, confeccionada em lucite, sendo o cátodo de latão a parte inferior da célula, onde os discos são encaixados, e o ânodo, formado por um fio de platina de 1 mm de diâmetro e 10 cm de comprimento (MERTZIG, 1978). A distância entre os eletrodos é cerca de 1 cm e a área de deposição é, em média,  $1 \text{ cm}^2$ . O U foi eletrodepositado em disco de aço inoxidável de diâmetro 25 mm e espessura 0,5 mm, com polimento de espelho. Efetuou-se a eletrólise por uma hora, sob uma densidade de corrente de  $1,2 \text{ A/cm}^2$ , sendo que um minuto antes de desligar a fonte de tensão, foi adicionado 1 mL de  $\text{NH}_4\text{OH}$  concentrado para a fixação do depósito (VASCONCELLOS et al., 1987; SAIKI, 1988). A fonte alfa obtida foi, então, lavada com água destilada e acetona, sendo em seguida, seca sob luz de uma lâmpada de 250 W por 20 minutos. A figura 4.6 é um

diagrama esquemático das etapas desenvolvidas para a determinação dos isótopos de U nas águas subterrâneas investigadas.

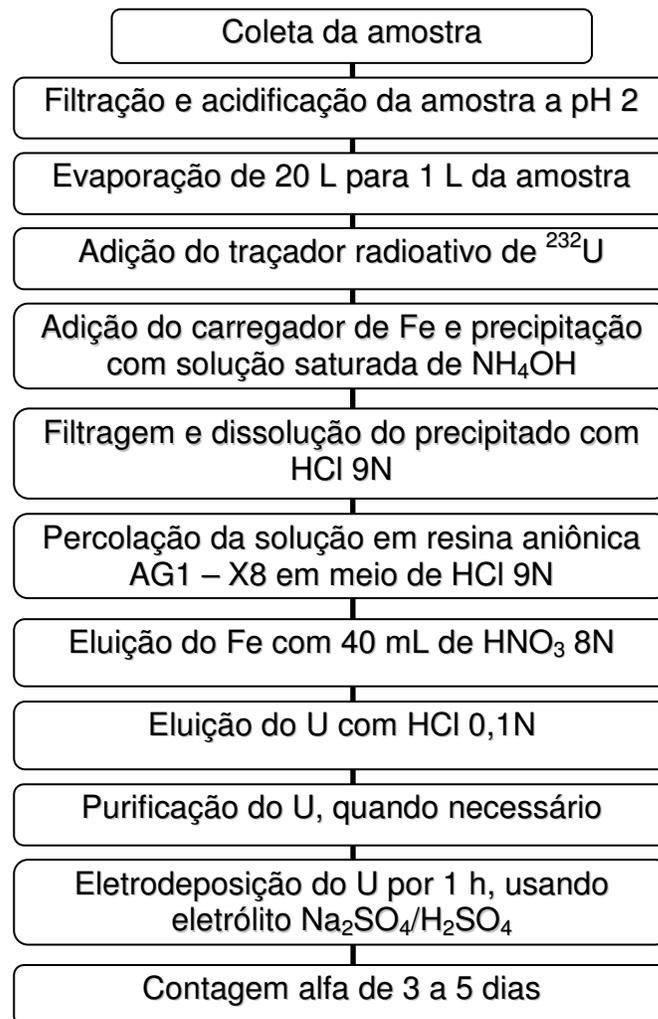


Figura 4.6 - Etapas do procedimento realizado para a análise de U

### 4.2.3. Sistema de detecção alfa utilizado

As fontes obtidas foram submetidas à contagem em um dos espectrômetros alfa para a determinação das concentrações de atividade dos radioisótopos  $^{234}\text{U}$  e  $^{238}\text{U}$  e das razões de atividade ( $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ ).

A duração das contagens variou em função das atividades dos radioisótopos de urânio, sendo necessárias contagens em torno de 3 dias para as águas subterrâneas dos poços I e SY, e de aproximadamente 5 dias para as do poço S, para acumular pelo menos 1.000 contagens no pico de menor atividade, garantindo-se assim uma boa estatística de contagem, com um erro de aproximadamente 3% da medida (IVANOVICH & MURRAY, 1992).

Os detectores alfa utilizados são da marca Canberra, modelo A450 e constituídos por um semicondutor de silício do tipo barreira de superfície, calibrado para operar em energias entre 3 e 8 MeV e sob pressão inferior a 0,2 Torr, com área nominal ativa de 450 mm<sup>2</sup>. A figura 4.7 mostra o sistema de detecção utilizado, o qual é acoplado a um microcomputador que gerencia simultaneamente 4 detectores alfa. Além disso, o microcomputador através do software “Alpha Analyst” calcula a área dos picos e os respectivos erros.

---



**Figura 4.7 - Sistema de detecção utilizado.**

#### 4.2.4. Resolução e eficiência do espectrômetro alfa

A resolução em energia de um detector é a capacidade do sistema em distinguir picos com energias muito próximas. A resolução  $R$  é definida como a largura total à meia altura FWHM (Full Width at Half Maximum), mas pode ser calculada em termos de porcentagem através da seguinte equação:

$$R(\%) = \frac{FWHM}{H_0} \times 100 \quad (4.1)$$

onde  $R$  é a resolução do sistema; FWHM é a largura total à meia altura e  $H_0$  é o canal do centróide do pico.

A fração da radiação total emitida pela fonte que é efetivamente registrada pelo detector é a eficiência do detector. A eficiência é calculada a partir da seguinte equação:

---

$$\varepsilon(\%) = \frac{A_{medida}}{A_{calibrada}} \times 100 \quad (4.2)$$

onde  $A_{medida}$  é a atividade medida da fonte analisada e  $A_{calibrada}$  é a atividade de referência da fonte.

A resolução dos espectrômetros utilizados é de  $(18,0 \pm 0,1)$  keV para o pico do  $^{238}\text{U}$  e  $(13,4 \pm 0,1)$  keV para o pico do  $^{234}\text{U}$ , enquanto a média das eficiências absolutas correspondentes às energias dos picos do  $^{234}\text{U}$  e  $^{238}\text{U}$  é de  $(38 \pm 1)\%$  para energias entre 4,25MeV e 4,84MeV. Estas determinações foram efetuadas utilizando-se uma fonte mista da empresa (Analytics), com atividades específicas de 99,1 dpm para  $^{238}\text{U}$  e 96,4 dpm para  $^{234}\text{U}$ .

#### 4.2.5. Rendimento químico

O rendimento químico ou eficiência de extração do urânio foi obtido através da comparação entre medida da taxa de contagem do  $^{232}\text{U}$  no espectro alfa e aquela esperada para a quantidade de traçador adicionada à amostra. Para sua determinação, foi utilizada a seguinte expressão:

$$Rq(\%) = \frac{(A_{tr}) \cdot 100}{t \cdot \varepsilon \cdot m_s \cdot (A_{esp})} \quad (4.3)$$

---

onde  $A_{tr}$  é a área do pico do traçador;  $t$  é o tempo de contagem;  $\varepsilon$  é a eficiência de contagem do detector;  $m_s$  é a massa do traçador utilizado;  $A_{esp}$  é a atividade específica do traçador.

As incertezas do rendimento foram calculadas de acordo com a seguinte equação de propagação:

$$\sigma_{Rq} = \sqrt{\left(\frac{\sigma_{A_{tr}}}{A_{tr}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{\varepsilon}}{\varepsilon}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{A_{esp}}}{A_{esp}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{m_s}}{m_s}\right)^2} \cdot Rq \quad (4.4)$$

#### 4.2.6. Concentrações e razões de atividade

As atividades dos radioisótopos, em contagens por segundo, foram determinadas de acordo com a seguinte equação:

$$A(cps) = \frac{A_{pico} \cdot 100.100}{t \cdot \varepsilon \cdot R_{eq}} \quad (4.5)$$

onde  $A_{pico}$  é a área do pico do radioisótopo. E a incerteza atribuída é dada por:

$$\sigma_{A(cps)} = \sqrt{\left(\frac{\sigma_{A_{pico}}}{A_{pico}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{\varepsilon}}{\varepsilon}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{Rq}}{Rq}\right)^2} \cdot A(cps) \quad (4.6)$$

A atividade é em mBq/L:

$$A(\text{mBq} / L) = \frac{A(\text{cps}) \cdot 1000}{V} \quad (4.7)$$

E a incerteza:

$$\sigma_{A(\text{mBq} / L)} = \sqrt{\left(\frac{\sigma_{A(\text{mBq} / L)}}{A(\text{mBq} / L)}\right)^2 + \left(\frac{\sigma V}{V}\right)^2} \cdot A(\text{mBq} / L) \quad (4.8)$$

onde V é o volume de amostra analisado.

A razão de atividades ( $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ ) é dada pela razão entre as contagens de cada pico, obtidas diretamente do espectro, uma vez que os isótopos  $^{234}\text{U}$  e  $^{238}\text{U}$  estão presentes na mesma fonte e a separação foi feita no mesmo processamento químico. Isto é possível, pois os demais fatores, como rendimento químico e eficiência do sistema de detecção se cancelam. Portanto, os erros da determinação estão associados apenas à incerteza das áreas dos picos do espectro alfa.

A incerteza atribuída à razão é dada pela equação 4.9, onde  $a_{234}$  é a área do pico do  $^{234}\text{U}$  e  $a_{238}$  é a área do pico do  $^{238}\text{U}$ .

$$\sigma\left(\frac{^{234}\text{U}}{^{238}\text{U}}\right) = \sqrt{\left(\frac{\sigma_{a_{234}}}{a_{234}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{a_{238}}}{a_{238}}\right)^2} \frac{^{234}\text{U}}{^{238}\text{U}} \quad (4.9)$$

A partir da atividade do  $^{238}\text{U}$  é possível determinar sua concentração na amostra, já que o seu número de átomos pode ser determinado por:

$$N = \frac{A^{238}(\text{cps})}{\lambda_{238}} \quad (4.10)$$

A incerteza de N é dada por:

$$\sigma N = \frac{\sigma A^{238}}{A^{238}} N \quad (4.11)$$

A massa de urânio presente é dada por:

$$m(g) = \frac{N \cdot M_A}{N_A} \quad (4.12)$$

onde  $M_A$  é a massa atômica do elemento e  $N_A$  é o número de Avogadro. A incerteza associada à massa é:

$$\sigma m = \frac{\sigma N}{N} \cdot m \quad (4.13)$$

Portanto, a concentração de urânio é:

$$[U](ng/g) = \frac{2m}{m_{amostra} \cdot 10^{-9}} \quad (4.14)$$

Onde  $m_{amostra}$  é a massa da amostra analisada. O fator 2 da expressão é devido ao fato de que a contagem é feita em geometria semi-esférica, enquanto o fator  $10^{-9}$  é utilizado para se obter a concentração em ng/g, que é a mais adequada para as medidas realizadas neste trabalho. Para o cálculo da concentração de U, usa-se apenas o  $^{238}\text{U}$ , pois é o isótopo de urânio mais abundante na natureza (99,2745%), enquanto o  $^{235}\text{U}$  tem abundância 0,72% e o  $^{234}\text{U}$  de 0,0055%. A incerteza na concentração de urânio é dada por:

$$\sigma[U] = \sqrt{\left(\frac{\sigma m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\sigma m_{amostra}}{m_{amostra}}\right)^2} \cdot [U] \quad (4.15)$$

### 4.3. Determinação dos sólidos totais dissolvidos a 180°C

“Sólidos totais” é o termo aplicado para designar materiais residuais no recipiente após evaporação e secagem da amostra em estufa sob uma determinada temperatura. Os sólidos totais incluem os “sólidos totais suspensos”, que é a fração de sólidos totais retidos por um filtro, e os “sólidos totais dissolvidos” (STD) que é a fração que passa através do filtro. De acordo com Eaton et al. (1995) “sólido dissolvido” é a fração de sólidos que passa através do filtro com tamanho nominal de poros de 2,0 mm (ou menores).

Resíduos secos a  $(180\pm 2)^{\circ}\text{C}$  perdem quase toda sua água, porém alguma água de cristalização pode permanecer, especialmente na presença de sulfatos. Materiais orgânicos podem ser perdidos pela volatilização, mas não são completamente destruídos. A perda de  $\text{CO}_2$  resulta da conversão de bicarbonatos a carbonatos e estes podem se decompor parcialmente para a formação de óxidos ou sais básicos. Alguns sais, na forma de cloretos e nitratos também podem ser perdidos. Geralmente, o processo de secagem de amostras de água a  $180^{\circ}\text{C}$  resulta em valores mais próximos daqueles obtidos pela soma de espécies minerais determinadas individualmente, quando comparadas com os valores de sólidos dissolvidos obtidos através de secagem a temperaturas mais baixas (EATON et al., 1995).

Para a obtenção de resultados de melhor qualidade é necessário analisar as amostras sempre em duplicata. É necessário realizar múltiplos ciclos de secagem - resfriamento - pesagem para cada determinação, pois deve-se secar as amostras até a obtenção de massa constante (EATON et al., 1995).

Esses mesmos autores recomendam que as amostras sejam refrigeradas a até  $4^{\circ}\text{C}$  desde a filtragem até o instante da análise, para minimizar a decomposição microbiológica dos sólidos e de preferência não ultrapassar 24 horas até a etapa de evaporação e não conservar em hipótese alguma a amostra por mais de 7 dias. Recomenda-se também aguardar que as amostras entrem em equilíbrio térmico com o meio ambiente antes de iniciar a análise.

Antes de concentrar a amostra já filtrada, as cápsulas de porcelana que foram utilizadas no processo de evaporação foram secas em uma mufla sob  $800^{\circ}\text{C}$ , durante 1 hora, e depois de retiradas e atingirem temperatura ambiente em um dessecador, foram para a estufa em temperatura  $(180\pm 2)^{\circ}\text{C}$ , onde permaneceram por 1 hora. Após

---

atingirem temperatura ambiente, depois de retiradas da estufa, as cápsulas foram pesadas até atingirem massa constante.

Após a medida da massa das cápsulas, foram pipetados 400 mL de água nas mesmas (sempre em duplicatas) e após a secura dos resíduos foram pesadas novamente até atingirem massa constante. O cálculo para a obtenção dos sólidos totais dissolvidos foi feito através da seguinte equação:

$$STD(mg / L) = \frac{(A - B) \times 1000}{\text{Volume da amostra (mL)}} \quad (4.16)$$

onde, STD é quantidade de sólidos totais dissolvidos em mg/L, V é o volume de água analisada em litros, B é a massa da cápsula em mg e A é a massa do resíduo seco somado ao peso da cápsula em mg. As incertezas foram calculadas de acordo com a seguinte equação de propagação:

$$\sigma_{STD} = \sqrt{\left(\frac{\sigma_B}{B}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_A}{A}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_V}{V}\right)^2} \cdot STD \quad (4.17)$$