METODO REFERENCIA PARA A DETERMINAÇÃO DE ANIDRIDO SULFUROSO NA ATMOSFERA

SUPERINTENDÊNCIA
DE SANEAMENTO
AMBIENTAL

Secretaria de Estado da Saude
Governo do Estado de S.Paulo

METODO REFERENCIA PARA A DETERMINAÇÃO DE ANIDRIDO SULFUROSO NA ATMOSFERA

GRUPO DE TRABALHO

ENGº FERNANDO ARAUJO GUIMARÃES
Diretor da Diretoria de
Controle da Poluição do
Ar - D-PAR

QUIM. ROBERTO GODINHO
Assistente do Diretor
da D-PAR

SUSAM

SUPERINTENDÊNCIA DE SANEAMENTO AMBIENTAL

A P R E S E N T A Ç Ã O

De há longo tempo a Superintendência de Saneamento Ambiental - SUSAM, vem sendo solicitada no sentido de divulgar e padronizar métodos de amostragem e análise de poluentes atmosféricos. No entanto, antes de escolher alguns dentre os muitos métodos existentes esta Superintendência decidiu através do Centro Tecnológico da Diretoria de Controle da Poluição do Ar, estudar e testar cada um dos principais métodos recomendados, para só então sugerir e divulgar aqueles que apresentassem maior exatidão, melhor precisão, reproducibilidade, especificidade e sensibilidade adequada dentro de razoáveis custos de equipamento, material de consumo e mão de obra.

Estes não são obviamente, os únicos métodos existentes, mas são aqueles recomendados pela "United States Environmental Protection Agency" publicados no Federal Register como métodos de referência e devidamente testados pela SUSAM.

Desta forma, espera-se que utilizados de forma adequada, seja a publicação destes métodos, útil para os que dela façam uso.

ENG° NELSON NEFUSSI
SUPERINTENDENTE DA SUPERINTENDÊNCIA DE SANEAMENTO AMBIENTAL - SUSAM

A. METODO REFERÊNCIA PARA A DETERMINAÇÃO DE ANIDRIDO SULFUROSO NA ATMOSFERA

SUMÁRIO

9. CÁLCULOS

LISTA DE FIGURAS

1 - PRINCIPIO E APLICABILIDADE

1.1 - O anidrido sulfuroso é absorvido do ar em uma solução de tetraclo romercurato de potássio (TCM). Um diclorosulfitomercurato complexo, que resiste a oxidação por oxigênio do ar, se forma.[1,2] Uma vez formado, este complexo é estável a oxidantes fortes (ozone, óxidos de nitrogênio). O complexo reage com pararosanilina e formaldeído para formar o ácido metil-pararosanilina sulfônico, intensamente colorido.[3] A absorbância da solução é medida espectrofotometricamente.

1.2 - O método é aplicável à medida de anidrido sulfuroso no ar ambiente usando períodos de amostragem de até 24 horas.

2 - FAIXA DE CONCENTRAÇÃO E SENSIBILIDADE

2.1 - Concentrações de anidrido sulfuroso na faixa de 25 a 1.050 $\mu g/m^3$ (0.01 a 0.40 ppm) podem ser medidas nas condições dadas. Pode-se medir concentrações abaixo de 25 $\mu g/m^3$, amostrando-se volumes maiores de ar, desde que se determine antes a eficiência de absorção do sistema em particular. Concentrações mais altas que 1.050 $\mu g/m^3$ podem ser medidas usando-se volumes menores de amostra, um maior volume de reagente absorvente, ou tomando-se uma alíquota adequada da amostra. A lei de Beer é seguida na faixa de absorbância de 0.03 a 1.0 (0.8 a 27 μg de íon sulfito em 25 ml de solução).

2.2 - O limite inferior de detecção de anidrido sulfuroso em 10 ml de TCM é 0,75 μg (baseado em duas vezes o desvio padrão) representando uma concentração de 25 $\mu g/m^3$ de SO_2 (0,01 ppm) numa amostra de 30 litros de ar.

3 - INTERFERÊNCIAS

3.1 - Os efeitos das principais interferências conhecidas foram minimizadas ou eliminadas. A interferência dos óxidos de nitrogênio é eliminada com ácido sulfâmico, de ozone é eliminada por espera antes da análise, e de metais pesados é eliminada com EDTA (sal dissódico do ácido etilenodiaminotetraacético) e ácido fosfórico[4,6]. No mínimo 60 µg de Fe (III), 10 µg de Mn (II) e 10 µg de Cr (III) em 10 ml de reagente absorvente podem ser tolerados no procedimento. Nenhuma interferência significativa foi encontrada com 10 µg de Cu (II) e 22 µg de V (V).

4 - PRECISÃO, EXATIDÃO E ESTABILIDADE

4.1 - Usando-se amostras padrões, o desvio padrão relativo é 4,6%, para um intervalo de confiança de 95%.[5]

4.2 - Após a coleta da amostra, a solução é relativamente estável. A 22°C ocorre uma perda de SO_2 de 1% ao dia. Quando as amostras são guardadas a 5°C por 30 dias, as perdas que ocorrem não são detetáveis. A presença de EDTA aumenta a estabilidade do SO_2 em solução, e as perdas de SO_2 independem da concentração.

5 - APARELHAGEM

5.1 - AMOSTRAGEM

5.1.1 - BORBULHADOR - Borbulhadores comumente usados em amostragem de ar podem ser usados em concentrações acima de 25 $\mu g/m^3$ - (0.01 ppm). Para amostragem de 30 minutos e de 1 hora um borbulhador, como o mostrado na figura A1 é recomendado. Para amostragem de 24 horas um borbulhador semelhante pode ser usado, desde que tenha capacidade para suportar 50 ml de solução absorvente e a boca do borbulhador tenha o mesmo diâmetro interno (1 mm).

5.1.2 - BOMBA - Capaz de manter uma pressão diferencial maior - que 0,7 atmosferas à vazão desejada.

5.1.3 - ROTÂMETRO OU ORIFÍCIO CRÍTICO - Pode ser usado um rotâmetro calibrado ou um orifício crítico capaz de medir a vazão com um erro menor que 2%. Como orifício crítico pode ser usada uma agulha hipodérmica, que dê a vazão desejada. Deve-se usar um filtro membrana para proteger a agulha, como mostra a figura A2a.

5.2 - ANÁLISE

5.2.1 - ESPECTROFOTÔMETRO - Apropriado para a medida de absorbância a 548 mμ com uma largura de banda efetiva menor que 15 mμ.

6 - REAGENTES

6.1 - AMOSTRAGEM

6.1.1 - ÁGUA DESTILADA - Deve ser livre de oxidantes.

6.1.2 - REAGENTE ABSORVENTE - (TETRACLOROMERCURATO DE POTÁSSIO - 0,04 M - TCM) - Dissolver 10,86 g de cloreto de mercúrio, 0,066 g de EDTA (sal di-sódico do ácido etilenodiaminotetraacético), e - 6,0 g de cloreto de potássio em água num balão volumétrico de 1000 ml e completar o volume até a marca. (Cuidado: reagente altamente venenoso. Se deixado cair na pele, lavar com água imediatamente). O pH deste reagente deve ser aproximadamente 4.0, mas foi demonstrado que não há diferença apreciável na eficiência de coleta na faixa de pH entre 5 e 3,7. O reagente absorvente é, normalmente, estável por 6 meses. Se se formar algum precipitado no reagente, prepare um novo.

6.2 - ANÁLISE

6.2.1 - ÁCIDO SULFÂMICO 0,6% - Dissolver 0,6 g de ácido sulfâmico em 100 ml de água destilada. Preparar diariamente.

6.2.2 - FORMALDEÍDO 0,2% - Diluir 5 ml de formaldeído (solução - 36 - 38%) para 1000 ml com água destilada. Preparar diariamente.

6.2.3 - SOLUÇÃO DE IODO 0,1 N - Coloque 12,7 g de iodo em um copo

de 250 ml, adicione 40g de iodeto de potássio e 25 ml de água. Agite até completa dissolução e então complete o volume para 1000 ml com água destilada.

6.2.4 - SOLUÇÃO DE IODO 0,01 N - Diluir 50 ml de solução 0,1 N de iodo para 500 ml com água destilada.

6.2.5 - AMIDO - Misturar 0,4 g de amido solúvel e 0,002 g de iodeto mercúrico (preservativo) com um pouco de água. Adicionar a pasta lentamente a 200 ml de água fervendo. Continuar fervendo até que a solução fique clara, esfriar e transferir a solução para um vidro de tampa esmerilhada.

6.2.6 - SOLUÇÃO DE TIOSULFATO 0,1 N - Dissolver 25 g de tiosulfato de sódio ($Na_2S_2O_3.5H_2O$) em 1000 ml de água destilada, fervida antes de usar e depois resfriada. Adicionar 0,1 g de carbonato de sódio à solução. Deixe a solução em repouso por um dia antes da padronização.

Para fazer a padronização, pesar 1,5 g de iodato de potássio seco a 180°C até décimo de mg, e diluir até a marca em um balão volumétrico de 500 ml. Pipetar 50 ml da solução de iodato para um erlenmeyer de 500 ml com tampa esmerilhada. Adicionar 2 g de iodeto de potássio e 10 ml de ácido clorídrico 1 N. Fechar o erlenmeyer. Depois de 5 minutos, titular com tiosulfato 0,1 N até amarelo-pálido. Então adicionar 5 ml de solução de amido e continuar a titulação até o desaparecimento da cor azul. Calcular a normalidade da solução de tiosulfato:

$$N = \frac{M}{V} \times 2,80$$

N = Normalidade da solução de tiosulfato

V = Volume de tiosulfato gasto, ml

M = Massa de iodato de potássio, g

$$2,80 = \frac{10^3 \text{(conversão de g a mg)} \times 0.1 \text{ (fração de iodato usada)}}{35.67 \text{ (equivalente do iodato de potássio)}}$$

6.2.7 - SOLUÇÃO DE TIOSULFATO 0,01 N - Diluir 100 ml de solução de tiosulfato 0,1 N a 1000 ml com água destilada, recentemente fervida.

Normalidade = Normalidade da solução 0,1 N x 0,100

6.2.8 - SOLUÇÃO PADRÃO DE SULFITO PARA A PREPARAÇÃO DA SOLUÇÃO SULFITO - TCM - Dissolver 0,30 g de metabissulfito de sódio (..... $Na_2S_2O_5$) ou 0,40 g de sulfito de sódio (Na_2SO_3) em 500 ml de água destilada recentemente fervida e resfriada. (A solução é instável sendo então, importante o uso de água da mais alta pureza para minimizar esta instabilidade). Esta solução contém o equivalente a 320 a 400 µg/ml de SO_2. A concentração real da solução é determinada adicionando-se um excesso de iodo e fazendo-se uma titulação de retorno com solução padrão de tiosulfato de sódio. Para fazer a titulação, pipetar 50 ml de iodo 0,01 N para dois erlenmeyers de 500 ml com tampa esmerilhada (A e B). Ao erlenmeyer A (branco) adicionar 25 ml de água destilada, e ao erlenmeyer B (amostra) pipetar 25 ml de solução de sulfito. Fechar os erlenmeyers e deixar reagir por 5 minutos. Preparar a solução sulfito-TCM (6.2.9) ao mesmo tempo em que se adiciona o iodo aos erlenmeyers.
Titular cada erlenmeyer com tiosulfato 0,01 N padrão até amarelo pálido, então adicionar 5 ml de amido e continuar a titulação até o desaparecimento da cor azul.

6.2.9 - SOLUÇÃO SULFITO - TCM - Pipetar exatamente 2 ml da solução de sulfito para um balão de 100 ml e completar o volume com a solução TCM 0,04 M.
Calcular a concentração de SO_2 na solução sulfito-TCM da seguinte forma:

$$\mu g\ SO_2/ml = \frac{(A - B) \times N \times 32.000}{25} \times 0,02$$

A = volume de tiosulfato gasto no branco, ml
B = volume de tiosulfato gasto na amostra, ml
N = normalidade do tiosulfato
32,000 - miliequivalente de SO_2, µg
25 - volume da solução de sulfito, ml
0,02 - fator de diluição

Esta solução é estável por 30 dias, se guardada a 5°C (geladeira). Se não for possível mantê-la a essa temperatura, preparar no dia de uso.

6.2.10 - SOLUÇÃO DE PARAROSANILINA PURIFICADA 0,2%

6.2.10.1 - ESPECIFICAÇÕES - A pararosanilina deve atender às seguintes especificações: (1) deve ter um máximo de absorbância a 540 mμ quando em meio tamponado com acetato de sódio-ácido acético 0,1 M; (2) a absorbância da prova branca, que é sensível à temperatura (0,015 unidades de absorbância/^{o}C) não deve exceder a 0,170 unidades de absorbância a 22°C, usando celas de 1 cm; (3) a curva de calibração (seção 8.2.1) deve ter uma inclinação de 0,030 $\pm$ 0,002 unidades de absorbância/μg SO_2, desde que se use celas de 1 cm, que a pararosanilina seja pura e a solução de sulfito tenha sido bem padronizada.

6.2.10.2 - PREPARAÇÃO DA SOLUÇÃO 0,2% - Esta solução pode ser comprada, especialmente purificada (99 - 100%), atendendo às especificações acima, já na concentração desejada. Por outro lado, a pararosanilina pode ser preparada, purificando-se a mesma, segundo o procedimento de Scaringelli.[4]

6.2.11 - SOLUÇÃO DE TRABALHO DE PARAROSANILINA - Em um balão de 250 ml colocar 20 ml da solução 0,2% de pararosanilina. Colocar mais 0,2 ml para cada por cento de impureza da solução 0,2%. Então adicione 25 ml de ácido fosfórico 3 M e diluir até a marca com água destilada. Este reagente é estável por 9 meses, no mínimo.

7 - PROCEDIMENTO

7.1 - AMOSTRAGEM - São descritos procedimentos de amostragem de curta duração (30 minutos e 1 hora) e de amostragem de longa duração (24 horas). Pode-se fazer diferentes combinações de vazão e tempo de amostragem para atender aos requisitos do método. Deve-se ajustar o volume da amostra, dependendo da concentração, de tal maneira a se obter uma absorbância adequada.

7.1.1 - AMOSTRAGEM DE 30 MINUTOS E DE 1 HORA - Montar o sistema mostrado na figura A2. Colocar 10 ml de solução absorvente no borbulhador. Colete a amostra a uma vazão de 1 litro/min por 30 minutos ou 0,5 litro/min por 1 hora, usando rotâmetro ou um orifício '

crítico para controlar a vazão. É conveniente proteger o reagente absorvente de luz solar direta, durante e após a amostragem, cobrindo o borbulhador com folha de alumínio, para evitar decomposição.
Determinar o volume de ar amostrado multiplicando a vazão pelo tempo. Anotar a pressão atmosférica e a temperatura. Se for necessário, guardar a amostra por mais de um dia, antes da análise, guardá-la a 5°C em uma geladeira.

7.1.2 - AMOSTRAGEM DE 24 HORAS - Coloque 50 ml de solução absorvente em um borbulhador grande e colete a amostra a uma vazão de 0,2 l/min durante 24 horas. Proteger a solução absorvente de luz solar direta durante a coleta e armazenamento da amostra. Determine o volume amostrado multiplicando a vazão pelo tempo de amostragem. A correção do volume amostrado, com pressão e temperatura, é extremamente difícil de ser feita, quando se trata de amostragem de 24 horas e normalmente não é feita. Entretanto, se for possível fazer correções desse tipo, mais exato será o resultado. Se for necessário, guardar a amostra por mais de um dia, antes da análise, guardá-la a 5°C em uma geladeira.

7.2 - ANÁLISE

7.2.1 - PREPARAÇÃO DA AMOSTRA - Depois de amostragem, se houver algum precipitado na amostra, removê-lo por centrifugação.

7.2.1.1 - AMOSTRAS DE 30 MINUTOS E 1 HORA - Transferir a amostra quantitativamente para um balão de 25 ml; usar cerca de 5 ml de água destilada para lavagem. Espere 20 minutos antes da análise para possibilitar a decomposição do ozone.

7.2.1.2 - AMOSTRAS DE 24 HORAS - Transferir a amostra para um balão de 50 ml e completar o volume com solução absorvente. Pipetar 5 ml dessa solução para um balão de 25 ml. Adicione 5 ml de solução absorvente. Espere 20 minutos antes da análise para possibilitar a decomposição do ozone.

7.2.2 - DETERMINAÇÃO - Para cada série de determinações a serem feitas, preparar uma prova branca usando 10 ml de solução absorvente não exposta.

Preparar uma solução-controle adicionando 2 ml de solução sulfito--TCM e 8 ml de solução absorvente a um balão de 25 ml. A cada balão contendo amostra, solução-controle ou prova branca, adicionar 1 ml de ácido sulfâmico 0,6% e deixe reagir por 10 minutos a fim de destruir nitrito devido aos óxidos de nitrogênio. Em seguida, adicionar 2 ml de formaldeído 0,2%, e então 5 ml de pararosanilina. Anote a hora. Complete o volume de todos os balões até a marca com água destilada, recentemente fervida e resfriada, e agite os balões.

Depois de 30 minutos e antes de 60 minutos medir as absorbâncias da amostra (A), da prova branca (A_o) e da solução controle a 548 mμ usando celas de 1 cm. Use água destilada para acertar o espectrofotômetro e não a prova branca. (isto é importante porque a prova branca é sensível a mudanças de temperatura, e essas mudanças podem ocorrer no compartimento das celas do espectrofotômetro). Não deixe as soluções coloridas nas celas porque pode-se formar uma película colorida sobre elas. Lave as celas com álcool após o uso. Se a temperatura no momento das determinações não diferir mais que 2°C da temperatura de calibração (8.2), a prova branca não deve diferir mais que 0,03 unidades de absorbância da absorbância da prova branca no momento da calibração. Se isso ocorrer preparar uma nova curva.

7.2.3 - FAIXA DE ABSORBÂNCIA - Se a amostra tiver uma absorbância entre 1.0 e 2.0, a amostra pode ser diluida 1:1 com uma parte da prova branca e a absorbância determinada logo após. Soluções com absorbâncias mais altas podem ser diluidas até 1: 5 com a prova branca, obtendo-se valores de absorbância com erro inferior a 10%.

8 - CALIBRAÇÃO E EFICIÊNCIA

8.1 - ROTÂMETROS E AGULHAS HIPODÉRMICAS - Calibrar os rotâmetros e as agulhas hipodérmicas contra um "wet test meter" calibrado.

8.2 - CURVAS DE CALIBRAÇÃO

8.2.1 - PROCEDIMENTO USANDO SOLUÇÃO DE SULFITO - Pipetar 0; 0,5;

1; 2; 3 e 4 ml de solução de sulfito-TCM (6.2.9) para balões volumétricos de 25 ml. Completar o volume para 10 ml com reagente absorvente. Então adicionar os outros reagentes como foi descrito na seção 7.2.2. Para obter melhores resultados use um banho de temperatura constante.

A temperatura de calibração deve ser mantida constante dentro de $\pm$ 1°C, e deve ser feita entre 20 e 30°C. A temperatura de calibração e a temperatura de análise não devem diferir em mais que 2°C.

Faça um gráfico de absorbância x µg de SO_2.

A quantidade de SO_2 (µg de SO_2) na solução é igual à concentração da solução sulfito-TCM (6.2.9) em µg SO_2/ml vezes os ml dessa solução adicionados a cada balão (µg SO_2 = µg SO_2/ml x ml adicionados).

Deve-se obter uma reta, cujo ponto de intersecção com o eixo dos y deve estar abaixo de 0,03 unidades de absorbância. Determine a melhor reta usando análise de regressão pelo método dos quadrados mínimos. Determine a inclinação da reta, calcule o seu inverso (Bs). Bs é o fator de calibração (Ver secção 6.2.10.1 sobre inclinação da reta).

Este fator de calibração pode ser usado para o cálculo dos resultados desde que não haja grandes mudanças de pH e temperatura. No mínimo, uma solução controle, contendo uma quantidade conhecida de SO_2, deve ser analisada juntamente com cada série de amostras, para se constatar a validade desse fator.

8.2.2 - PROCEDIMENTO USANDO TUBOS PERMEÁVEIS DE SO_2

8.2.2.1 - CONSIDERAÇÕES GERAIS - Atmosferas com quantidades conhecidas de SO_2, em concentrações adequadas, podem ser obtidas usando-se tubos permeáveis.

O tubo permeável emite SO_2 a uma razão conhecida, baixa e constante, desde que a temperatura do tubo seja mantida constante ($\pm$ 0,1°C), e que o tubo tenha sido calibrado na temperatura de uso. O SO_2 permeado através do tubo é carregado por um baixo fluxo de gás inerte até uma câmara de mistura, onde é diluido com ar livre de SO_2 até a concentração desejada, aí então, toma-se a amostra.

Este sistema é mostrado esquematicamente nas figuras A3 e A4 e é descrito detalhadamente por O'Keeffe e Ortman[9], Scaringelli, Frey e Saltzman[10]; e Scaringelli, O'Keeffe, Rosenberg e Bell[11].

8.2.2.2 - PREPARAÇÃO DE ATMOSFERAS PADRÕES - Os tubos permeáveis podem ser preparados ou comprados. Scaringelli, O'Keeffe, Rosenberg e Bell[11] fornecem o procedimento detalhado de calibração dos mesmos. Tubos com razão de permeabilidade especificada podem ser comprados do "National Bureau of Standards" (U.S. Department of Commerce). Tubos com razão de permeabilidade entre 0,2 e 0,4 µg/min, uma vazão de gás inerte de cerca de 50 ml/min e uma vazão de diluição entre 1,1 e 15 l/min, fornecem atmosferas padrões em concentrações adequadas de SO_2 (25 a 390 µg/m^3; 0,01 a 0,15 ppm de SO_2). A concentração de SO_2 na atmosfera padrão pode ser calculada da seguinte maneira:

$$C = \frac{P \times 10^3}{Qd + Qi}$$

onde, C = concentração de SO_2, µg/m^3

P = razão de permeabilidade do tubo, µg/min

Qd = vazão do ar de diluição, l/min

Qi = vazão do gás inerte, l/min

Os volumes devem ser convertidos para condições de referência (.. 25 °C, 760 mm Hg).

8.2.2.3 - AMOSTRAGEM E PREPARAÇÃO DA CURVA DE CALIBRAÇÃO - Prepare uma série (geralmente seis) de atmosferas padrões, com concentrações de SO_2 variando entre 25 e 390 µg/m^3 de SO_2. Faça uma amostragem de cada atmosfera usando a mesma aparelhagem e tomando exatamente o mesmo volume que vai ser tomado na amostragem do ar atmosférico, posteriormente.

Determine as absorbâncias como foi descrito em 7.2. Faça um gráfico de µg de SO_2/m^3 (eixo dos x) X absorbância ($A - A_o$) (eixo dos y). Trace a melhor reta e determine a inclinação, ou pode-se aplicar análise de regressão usando o método dos quadrados mínimos. Calcule o inverso da inclinação (Bg).

8.3 - EFICIÊNCIA DE AMOSTRAGEM - A eficiência de coleta é maior que 98%. Esta eficiência, entretanto, pode cair se a concentração for menor que 25 $\mu g/m^3$ ..[12,13].

9 - CÁLCULOS

9.1 - CORREÇÃO DE VOLUME - Corrigir o volume de ar amostrado para as condições de referência (25°C e 760 mm de Hg). Em amostragens de 24 horas isso talvez não seja possível.

$$V_r = V \times \frac{P}{760} \times \frac{298}{t + 273}$$

onde, V_r = volume de ar a 25°C, 760 mm Hg, litros
V = volume de ar amostrado, litros
P = pressão barométrica, mm Hg
t = temperatura do ar, °C

9.2 - CONCENTRAÇÃO DE SO_2

9.2.1 - Quando a solução de sulfito for usada na preparação da curva de calibração, calcular a concentração de SO_2 na amostra da seguinte forma:

$$\mu g\ SO_2/m^3 = \frac{(A - A_o) \times 10^3 \times Bs}{V_r} \times D$$

onde, A = absorbância da amostra
A_o = absorbância da prova branca
10^3 = conversão de litros para metros cúbicos
V_r = volume de ar corrigido para 25°C, 760 mm Hg, litros
Bs = fator de calibração, μg/unidades de absorbância
D = fator de diluição

Para amostragens de 30 minutos e 1 hora: D = 1
Para amostragens de 24 horas: D = 10

9.2.2 - Quando atmosferas padrões forem usadas para se preparar a curva de calibração, calcule a concentração de SO_2 na amostra da seguinte forma:

$$\mu g\ SO_2/m^3 = (A - A_o)\ Bg$$

onde, A = absorbância da amostra

A_o = absorbância da prova branca

Bg = (ver 8.2.2.3)

9.2.3 - CONVERSÃO DE $\mu g/m^3$ PARA ppm - Se se desejar pode-se calcular a concentração de SO_2 em ppm, nas condições de referência, da seguinte forma:

$$ppm\ SO_2 = \mu g\ SO_2/m^3 \times 3{,}82 \times 10^{-4}$$

CALIBRAÇÃO

BALÃO, Nº	SO_2, μg x	ABSORBÂNCIA y	x^2	y^2
1				
2				
3				
4				
5				
6				

Σx = _____ Σy = _____ Σx^2 = _____ Σy^2 = _____

N = _____ (Nº de pontos)

$$\text{INCLINAÇÃO} = \frac{\Sigma xy - \frac{\Sigma x}{N}\Sigma y}{\Sigma x^2 - \frac{\Sigma x}{N}\Sigma x}$$

$$\text{INCLINAÇÃO} = \frac{\text{unidades de absorbância}}{\mu g \text{ de } SO_2}$$

$$Bs = \text{fator de calibração} = \frac{1}{\text{inclinação}} = \frac{\mu g\ SO_2}{\text{unidades de absorbância}}$$

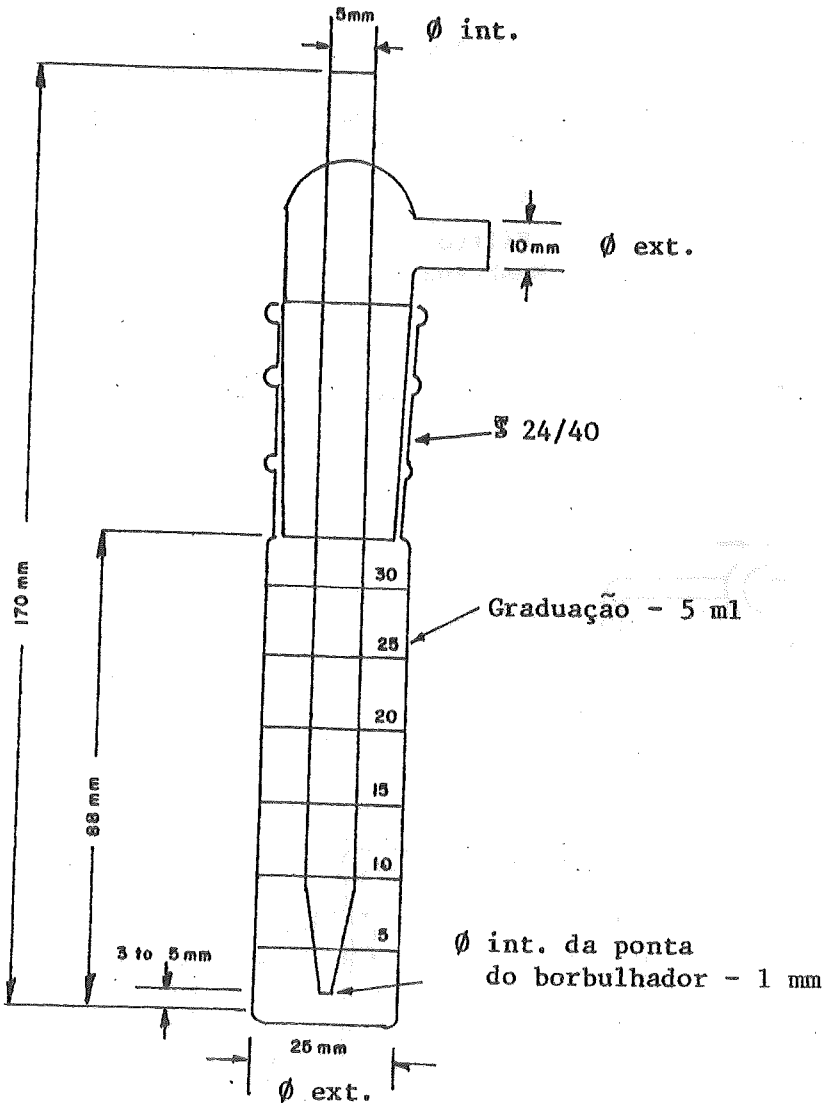

FIGURA A1 - BORBULHADOR (Midget-impinger)

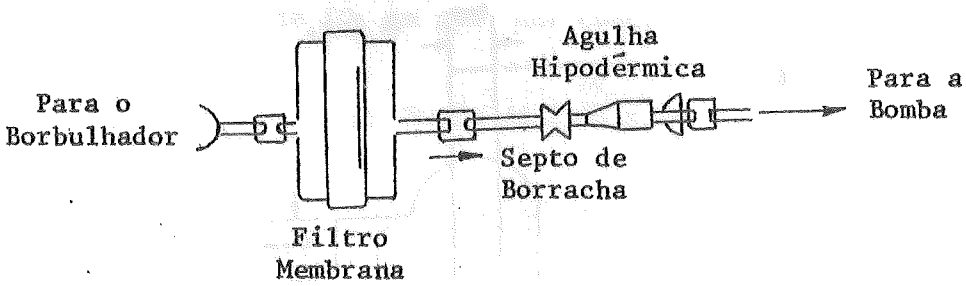

FIGURA A2a - Controle de vazão com orifício crítico

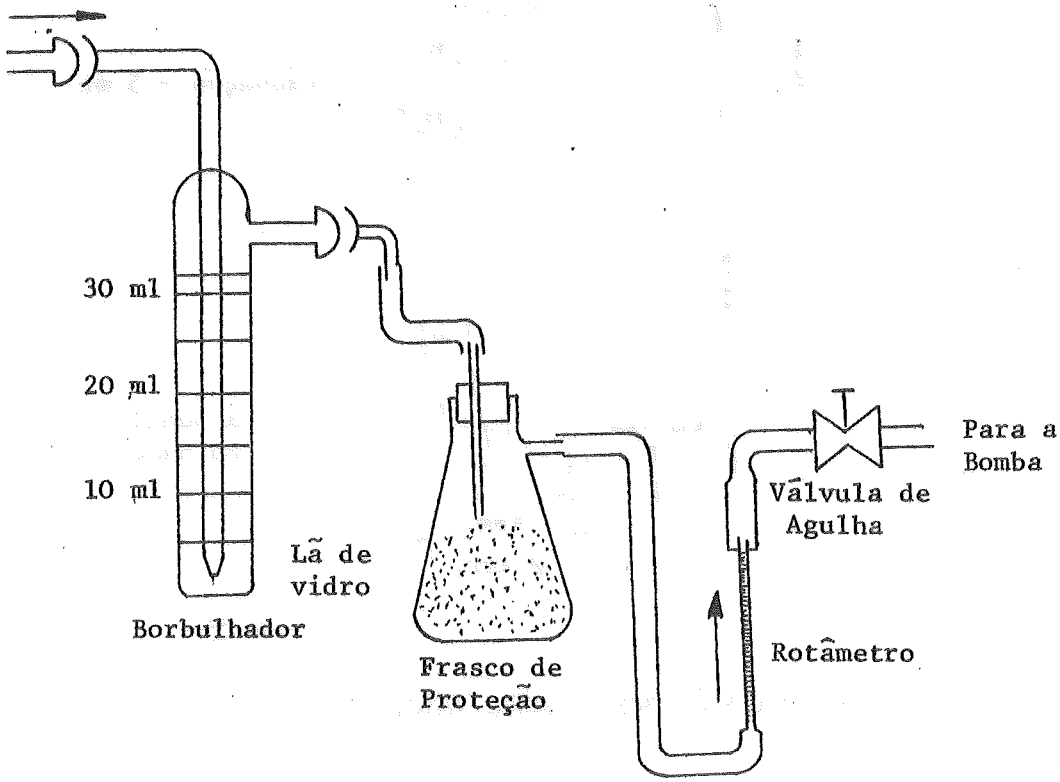

FIGURA A2 - Aparelhagem de Amostragem

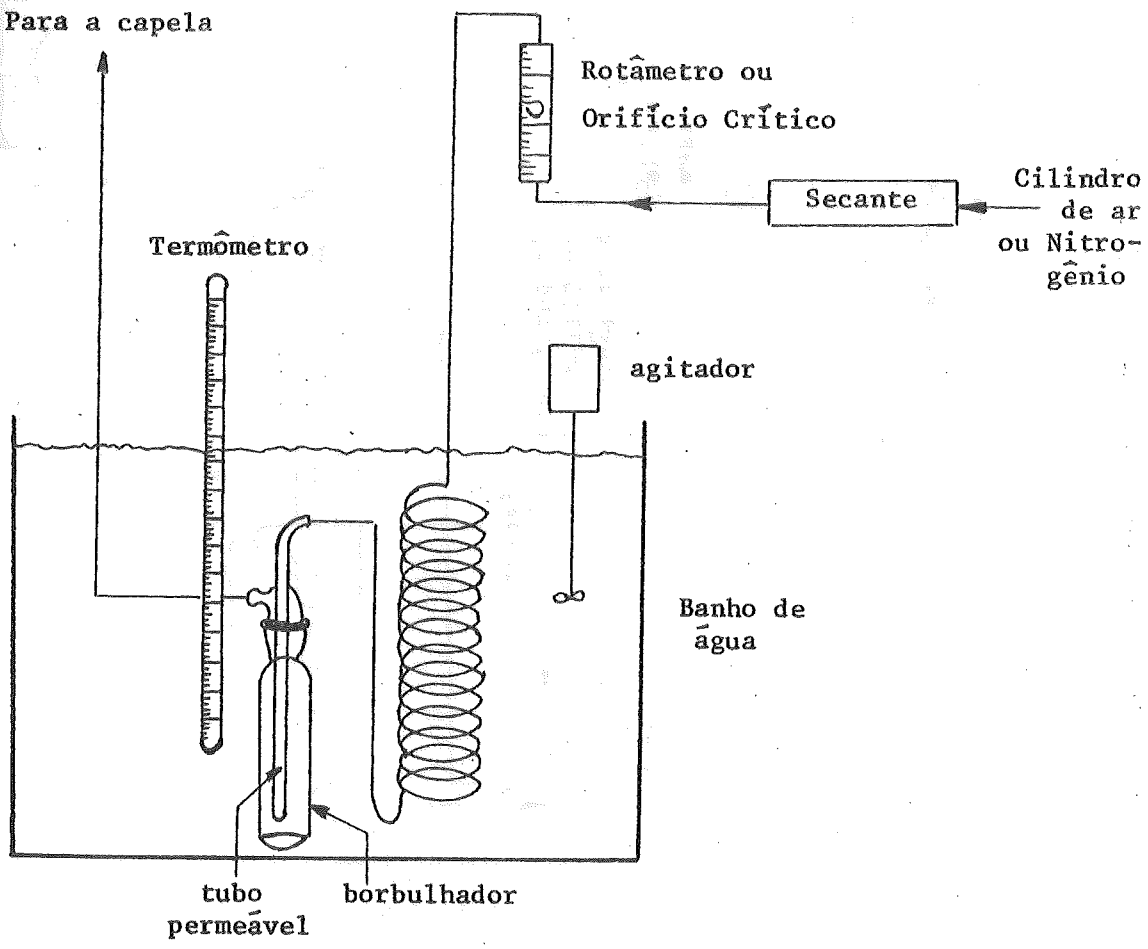

FIGURA A3 - Aparelhagem para calibração do Tubo Permeável

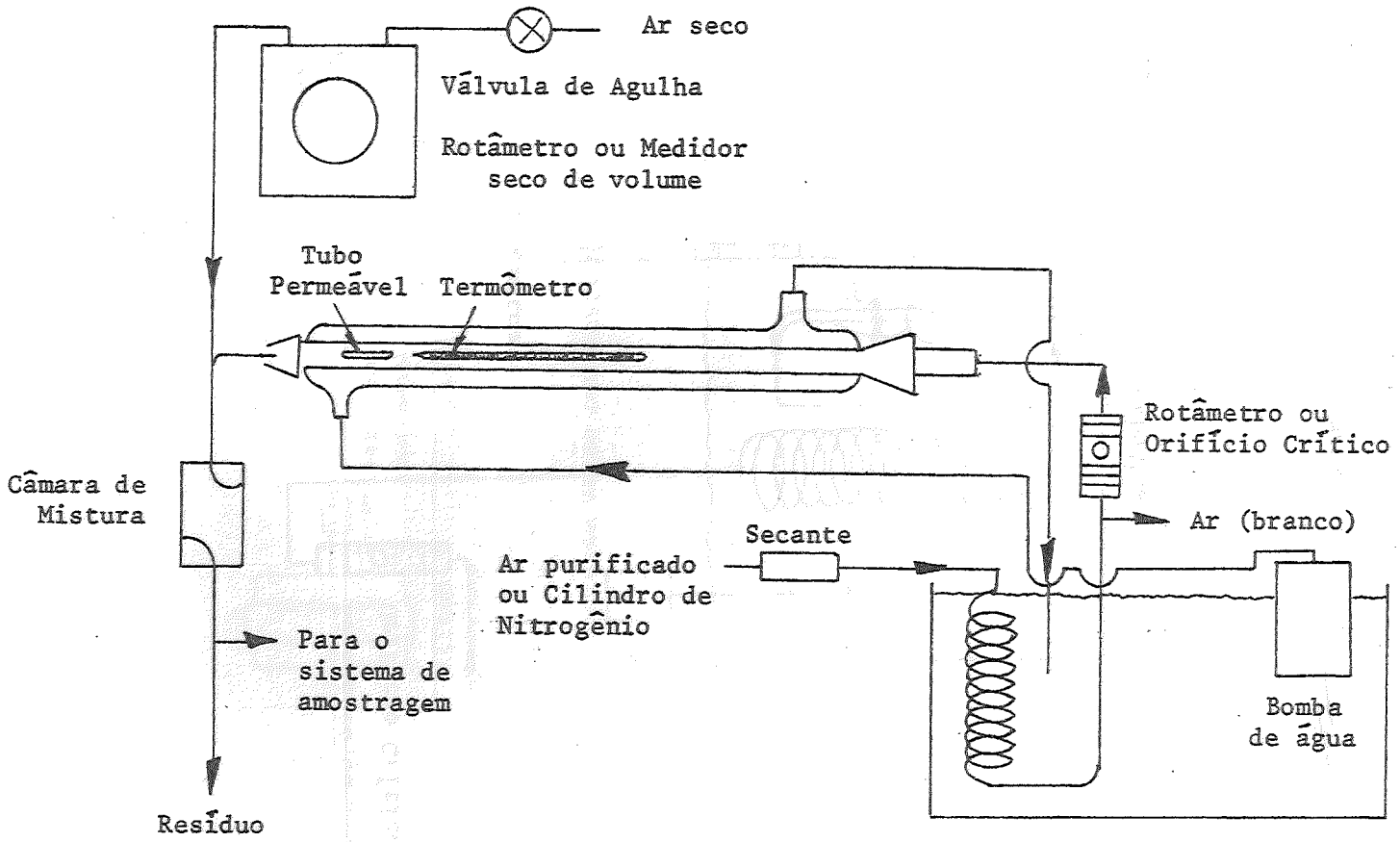

FIGURA A4 - Sistema para produção de atmosferas padrões, usando Tubos Permeáveis

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

1. West, P.W., and Gaeke, G.C., "Fixation of Sulfur Dioxide as Sulfitomercurate III and Subsequent Colorimetric Determination", Anal. Chem. 28, 1816 (1956).

2. Ephraims, F., "Inorganic Chemistry", p. 562, Edited by P.C.L. Thorne and E.R. Roberts, 5th Edition, Interscience (1948).

3. Lyles, G.R., Dowling, F.B., and Blanchard, V.J., "Quantitative Determination of Formaldehyde in Parts Per Hundred Million Concentration Level", J. Air. Poll. Cont. Assoc. 15, 106 (1965).

4. Scaringelli, F.P., Saltzman, B.E., and Frey, S.A., "Spectrophotometric Determination of Atmospheric Sulfur Dioxide", Anal. Chem. 39, 1709 (1967).

5. Pate, J.B., Ammons, B.E., Swanson, G.A., Lodge, J.P., Jr., "Nitrite - Interference in Spectrophotometric Determination of Atmospheric Sulfur Dioxide", Anal. Chem. 37, 942 (1965).

6. Zurlo, N. and Griffini, A.M., "Measurement of the SO_2 Content of Air in the Presence of Oxides of Nitrogen and Heavy Metals", Med. Lavoro 53, 330 (1962).

7. Scaringelli, F.P., Elfrers, L., Norris, D., and Hochheiser, S., "Enhanced Stability of Sulfur Dioxide in Solution", Anal. Chem. 42, 1818 (1970).

8. Lodge, J.P. Jr., Pate, J.B., Ammons, B.E. and Swanson, G.A., "Use of Hypodermic Needles as Critical Orifices in Air Sampling", J. Air. Poll. Cont. Assoc. 16, 197 (1966).

9. O'Keeffe, A.E., and Ortman, G.C., "Primary Standards for Trace Gas Analysis", Anal. Chem. 38, 760 (1966).

Ar seco

10. Scaringelli, F.P., Frey, S.A., and Saltzman, B.E., "Evaluation of Teflon Permeation Tubes for Use with Sulfur Dioxide", Amer. Ind. Hygiene Assoc. J. 28, 260 (1967).

11. Scaringelli, F.P., O'Keeffe, A.E., Rosenberg, E., and Bell, J.P., "Preparation of Known Concentrations of Gases and Vapors with Permeation Devices Calibrated Gravimetrically", Anal. Chem. 42, 871 (1970).

12. Urone, P., Evans, J.B., and Noyes, C.M., "Tracer Techniques in Sulfur Dioxide Colorimetric and Conductimetric Methods", Anal. Chem., 37, 1104 (1965).

13. Bostrom, C.E., "The Absorption of Sulfur Dioxide at Low Concentrations (ppm) Studied by an Isotopic Tracer Method", Intern. J. Air Water Poll. 9, 33 (1965).