

ARQUIVO TECNICO

8207
C338p(RCET)
017025



02125

017025

"Painel" nacionalização do sub-
trato utilizado nas medições
de H_2S na atmosfera

CETESB, São Paulo

C E T E S B

"PAINEL" Nacionalização do substrato utilizado nas medições
de H_2S na atmosfera

São Paulo

CLASS.	8207
AUTOR	C338 pai
TOMBO	17025

avôzilas de oisaillo amidade de oiyenilalido "11111"

minuodis an d d ol

ENTRE OS MÉTODOS UTILIZADOS PELA CETESB PARA AVALIAÇÃO DE POLUENTES ATMOSFÉRICOS, O AMOSTRADOR DE FITA PARA GÁS SULFÍDRICO (H_2S) TEVE SEU USO INTENSIFICADO NESTES ÚLTIMOS ANOS. ISTO SE DEVE AO FATO QUE O H_2S SER ALGUMAS VEZES UTILIZADO COMO TRAÇADOR DE MAU CHEIRO PROVOCADO POR ESGÔTO (UTILIZAÇÃO ATUAL - BILLINGS E PIRAPORA) OU POR INDÚSTRIAS DE PAPEL (UTILIZAÇÃO ATUAL - AMERICANA).

ESTE AMOSTRADOR COLETA O H_2S EM UMA FITA DE PAPEL IMPREGNADA COM ACETATO DE CHUMBO. ESTA FITA VI-NHA SENDO ADQUIRIDA NO MERCADO A PREÇO DE CR\$ 750.000 RESSALTANDO-SE O FATO DO MATERIAL SER IMPOR-TADO .

A DIVISÃO DE AMOSTRAGEM E ANÁLISE DO AR (DAMAR) POSSUI EM SEU ESTOQUE CERCA DE 300 FITAS NÃO IM-PREGNADAS COM ACETATO DE CHUMBO, O QUE A NÍVEL DE USO ATUAL POSSIBILITARIA A MANUTENÇÃO DAS ESTA-ÇÕES AMOSTRADORAS POR MAIS DE 3 ANOS.

DESTA MANEIRA SE JUSTIFICAM EXPERIÊNCIAS PARA IMPREGANAÇÃO DE FITAS, POIS ALÉM DE REFLETIREM UMA ECONOMIA REAL, PERMITEM UMA SEGURANÇA A MÉDIO PRAZO DOS TRABALHOS VISTO AS DIFICULDADES DE IMPOR-TAÇÃO QUE O PAÍS ATRAVESSA.

UM SEGUNDO PASSO NÃO MENOS IMPORTANTE SE REFERE AS MODIFICAÇÕES DE METODOLOGIA CITADAS NA LITERA-TURA, VISANDO A UMA MEDIÇÃO MAIS SENSÍVEL E MAIS REPRODUTÍVEL. ESSAS MODIFICAÇÕES SÓ PODERIAM SER INTRODUZIDAS CASO FOSSEM EXPERIMENTADAS, O QUE FOI FEITO NO CONJUNTO DO TRABALHO AQUI APRESENTADO.

II - OBJETIVOS

2

- 2.1. DESENVOLVER UM MÉTODO DE IMPREGNAÇÃO COM ACETATO DE CHUMBO EM FITAS UTILIZADAS NA AMOSTRAGEM DE GÁS SULFÍDRICO.
- 2.2. INTRODUIZIR NA METODOLOGIA JÁ DESENVOLVIDA MODIFICAÇÕES SUGERIDAS NA LITERATURA, TESTANDO-AS E GERANDO UMA NOVA CURVA DE CALIBRAÇÃO.

III - DESENVOLVIMENTO DO MÉTODO DE IMPREGNAÇÃO DA FITA

3

3.1. TESTES INICIAIS

FOI PESQUISADA NA LITERATURA MÉTODOS DE IMPREGNAÇÃO DE FITAS (1). ANÁLISE DE FITAS COMERCIALMENTE DISPONÍVEIS LEVARAM A UMA DEFINIÇÃO SOBRE O TEOR DE CHUMBO E A PRESENÇA DE GLICERINA NA SUA COMPOSIÇÃO. O TEOR DE CHUMBO NAS FITAS COMERCIAIS É DE $430 \mu\text{g}/\text{cm}^2$.

3.2. SOLUÇÃO DE IMPREGNAÇÃO

A SOLUÇÃO DE IMPREGNAÇÃO PARA UMA FITA DE 18,2 m DE COMPRIMENTO, MARCA WHATMAN Nº 4 - "SMOKE TEST", POSSUI A SEGUINTE COMPOSIÇÃO:

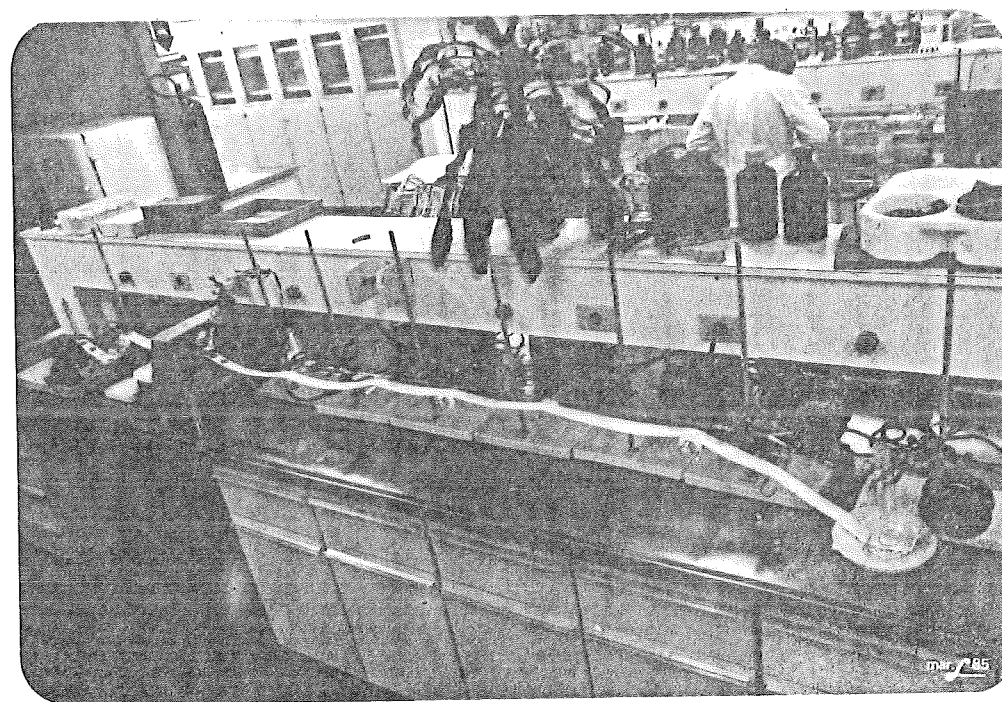
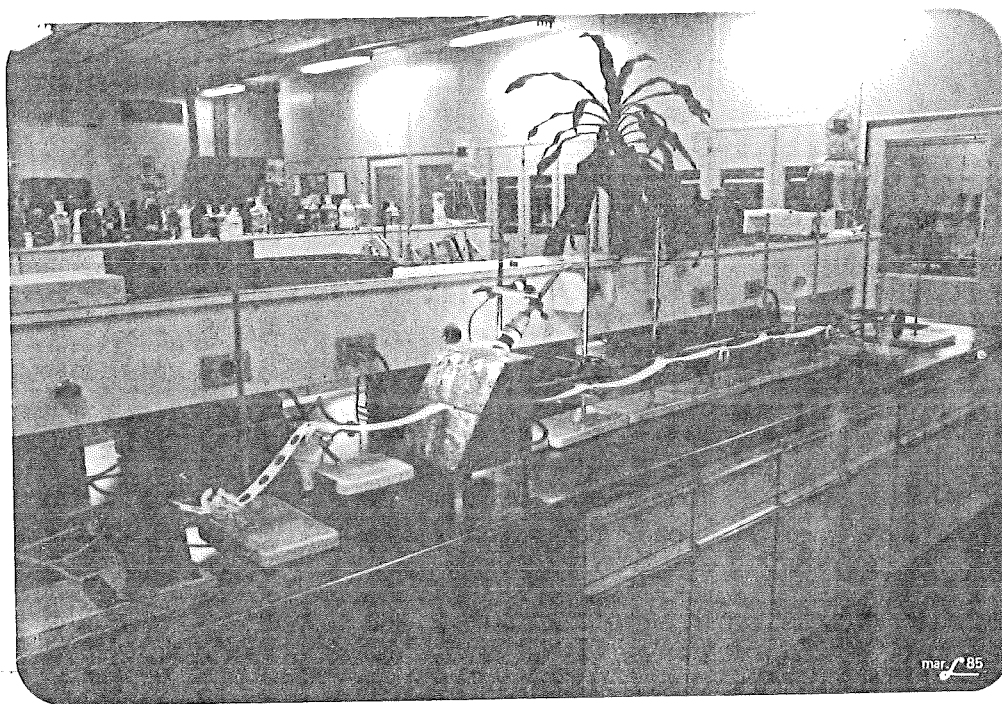
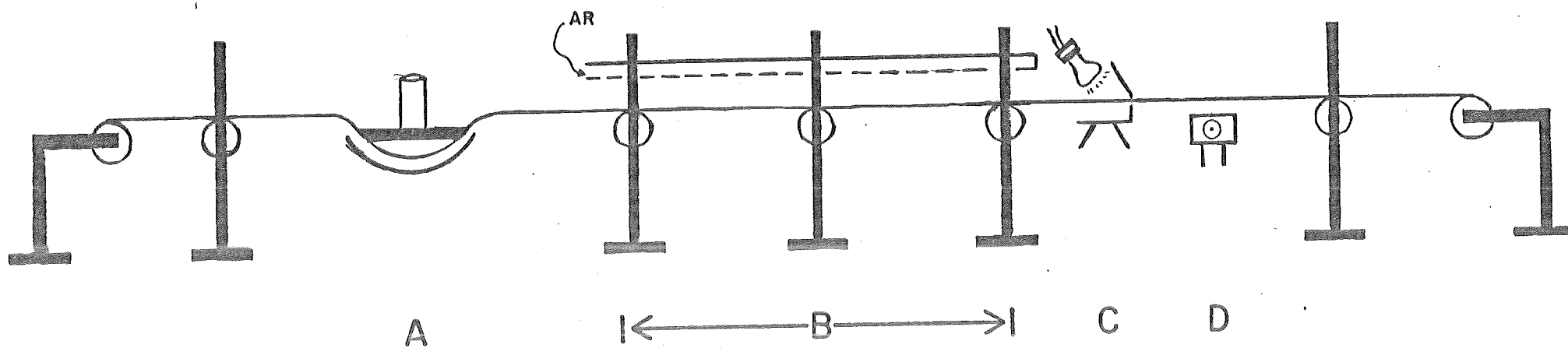
- 18,0 g DE ACETATO DE CHUMBO NEUTRO
- 5,0 mL DE ÁCIDO ACÉTICO GLACIAL
- 2,0 mL DE GLICERINA
- 285,5 mL DE ETANOL

3.3. SISTEMA DINÂMICO DE IMPREGNAÇÃO DE FITAS

PARA IMPREGNAÇÃO DA FITA UTILIZOU-SE UM SISTEMA DE IMPREGNAÇÃO/SECAGEM CONFORME FIGURA I. INICIALMENTE A FITA PASSA PELA CAPSULA (A) ONDE É EMBEBIDA NA SOLUÇÃO IMPREGNADORA. EM SEGUIDA PERCORRE UMA DISTÂNCIA DE 1,6 m (B) ONDE RECEBE JATOS CONTÍNUOS DE AR. PASSA ENTÃO POR UM SETOR DE AQUECIMENTO CONSTITUÍDO DE UMA LÂMPADA INFRA-VERMELHO (C) E UMA CHAPA DE AQUECIMENTO (D). A FITA NESTE ESTÁGIO JÁ SE ENCONTRA SÊCA E É ENROLADA NO CARRETEL.

FIGURA 1

SISTEMA DINÂMICO DE IMPREGNAÇÃO



IV - LEVANTAMENTO DA CURVA DE CALIBRAÇÃO

5

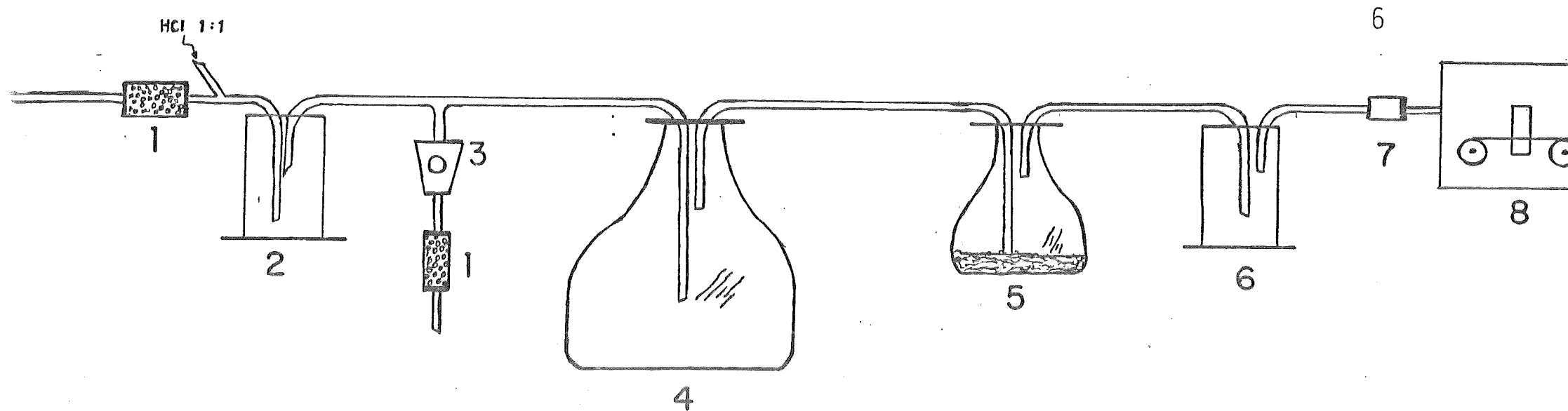
4.1. MONTAGEM E OPERAÇÃO DO GERADOR DE H₂S

O GERADOR DE H₂S TEVE SUA CONFIGURAÇÃO FINAL BASEADO EM ESTUDOS PRELIMINARES, CONFORME FIGURA II.

ESTE GERADOR FORNECE UMA MASSA DE H₂S, A PARTIR DE ALÍQUOTA DE SOLUÇÃO PADRONIZADA DE Na₂S, QUE É COLOCADO NO DRECHSEL. ADICIONA-SE POSTERIORMENTE 5,0 ML DE HCL 6N, POR UMA ENTRADA AUXILIAR. O AR É BORBULHADO PARA ARRASTAR O H₂S FORMADO, PASSANDO SUCESSIVAMENTE PELO FRASCO HOMOGEINIZADOR, FRASCO UMIDIFICADOR COM H₂SO₄ 2% E DRECHSEL VAZIO DE 125 ML PASSANDO FINALMENTE PARA O AMOSTRADOR DE FITA.

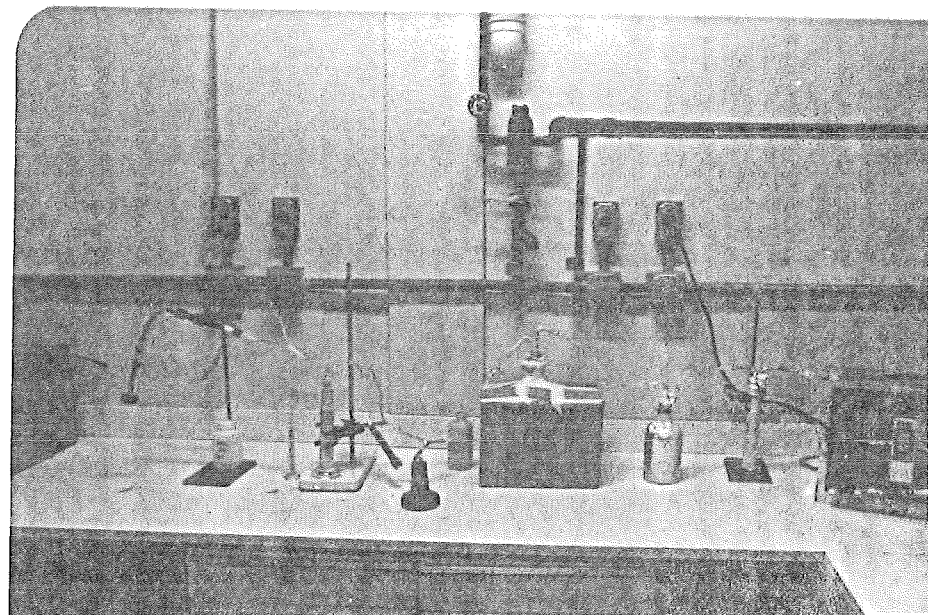
4.2. CERTIFICAÇÃO DAS ATMOSFERAS GERADAS

A CERTIFICAÇÃO DAS ATMOSFERAS GERADAS FOI EFETUADA UTILIZANDO-SE O MÉTODO DO AZUL DE METILENO (2). ISSO FOI EFETUADO PARA DETERMINAR A PERDA MÉDIA ENTRE A QUANTIDADE DE H₂S OBTIDA NO FINAL DO SISTEMA EM RELAÇÃO AO GERADO ESTEQUIOMETRICAMENTE PELA SOLUÇÃO DE Na₂S. A PERDA MÉDIA PARA VÁRIAS CONCENTRAÇÕES FOI DE 38,2%.



- 1 - FILTROS DE CARVÃO ATIVO
- 2 - DRECHSEL DE 125 ML PARA ADIÇÃO DE SOLUÇÃO DE Na_2S
- 3 - ROTAMETRO BENDIX DE 0 - 10 LPM PARA CONTROLE DO AR DE DILUIÇÃO
- 4 - FRASCO VAZIO DE VIDRO DE 5 L PARA HOMOGENEIZAÇÃO
- 5 - FRASCO DE VIDRO DE 1 LITRO CONTENDO H_2SO_4 A 2
- 6 - DRECHSEL DE 125 ML VAZIO
- 7 - FILTRO DE FIBRA DE VIDRO
- 8 - AMOSTRADOR DE FITA RAC MODELO G2

FIGURA II - GERADOR DE H_2S



4.3. CURVA DE CALIBRAÇÃO

7

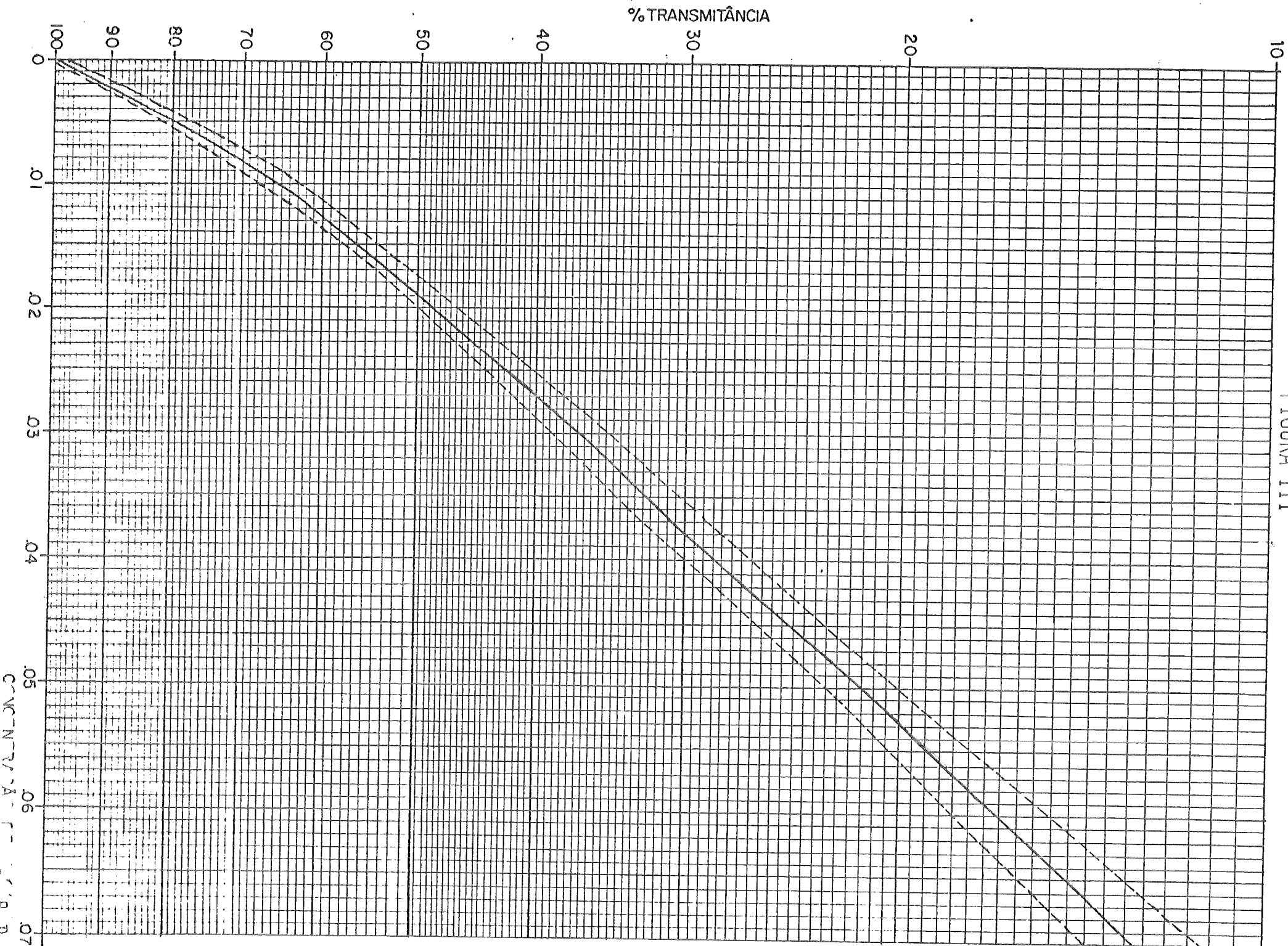
O LEVANTAMENTO DA CURVA DE CALIBRAÇÃO FOI FEITO AJUSTANDO-SE O AMOSTRADOR DE FITA DA RAC MODELO G-2 PARA 7,5 c.f.h. E 1 HORA DE AMOSTRAGEM EM VÁRIAS CONCENTRAÇÕES DE H_2S .

AS MANCHAS OBTIDAS PELO PROCEDIMENTO ADOTADO TIVERAM SUAS TRANSMITÂNCIAS MEDIDAS PELO AVALIADOR DE MANCHAS DA RAC MODELO 367-SE.

OS DADOS OBTIDOS FORAM TESTADOS POR REGRESSÃO LINEAR MÚLTIPLA AJUSTANDO-SE MELHOR O COMPORTAMENTO EXPONENCIAL POR FAIXAS (0 - 0,010 PPM E 0,010 - 0,067 PPM). FOI FEITO O GRÁFICO DA CONCENTRAÇÃO DE H_2S CONTRA A TRANSMITÂNCIA (FIGURA III).

H₂S - CURVA DE CALIBRAÇÃO PARA AMOSTRADOR DE FITA.

FIGURA III



5.1. INTERVALO DE CONCENTRAÇÃO DO MÉTODO

5.1.1. LIMITE MÍNIMO DETECTÁVEL

O CRITÉRIO UTILIZADO PARA A DETERMINAÇÃO DO LIMITE DETECTÁVEL FOI DE DUAS VEZES A VARIAÇÃO DO BRANCO DA FITA, O QUE CORRESPONDE NESSE CASO A UMA CONCENTRAÇÃO DE 0,001 PPM PARA 15 C.F.H. E 1 HORA DE AMOSTRAGEM.

5.1.2. MÁXIMA CONCENTRAÇÃO DETECTÁVEL

COM O AUMENTO DA CONCENTRAÇÃO DE H_2S OCORRE UMA GRADATIVA SATURAÇÃO DA COR DA FITA, ACARRETANDO UMA MAIOR DIFICULDADE EM SUA ANÁLISE.

A TABELA I DEMONSTRA O TIPO DE VARIAÇÃO OBTIDA QUANDO SE TRABALHA NOS LIMITES DE SATURAÇÃO DE COR. BASEADO NESTAS OBSERVAÇÕES, ADOTOU-SE O VALOR DE 13%T COMO VALOR MÁXIMO DE SATURAÇÃO DA FITA QUE CORRESPONDE A 0,067 PPM PARA CONDIÇÕES DE 15 C.F.H. E 1 HORA DE AMOSTRAGEM.

H_2S (PPM)	%T
0,062	15
0,062	16
0,067	13
0,067	12
0,073	10
0,073	9
0,078	9
0,078	10

5.2. REPRODUTIBILIDADE

10

FOI TESTADA A REPRODUTIBILIDADE DAS MEDIDAS EM TRÊS FAIXAS DE CONCENTRAÇÃO. NA TABELA II É APRESENTADA A VARIAÇÃO MÁXIMA OBTIDA TANTO NA CURVA DA RAC COMO NA CURVA CETESB.

H ₂ S (PPM)	Δ T RAC	Δ T CETESB	Nº PONTOS
0,005	11	5	6
0,010	16	4	4
0,028	20	8	5
0,052	16	4	5

TABELA II - TESTE DE REPRODUTIBILIDADE

UM OUTRO TESTE COM AMOSTRAS REAIS FOI REALIZADO NA CIDADE DE PIRAPORA DO BOM JESUS - S.P., ONDE FORAM REALIZADAS AMOSTRAGENS SIMULTÂNEAS COM DUAS FITAS NACIONAIS, OBTENDO-SE 92 PARES DE DADOS OS QUAIS FORAM APLICADOS O TESTE "T" DE STUDENT, OBTENDO OS SEGUINTE RESULTADOS:

$$T_{\text{EXP}} = 1,21 \quad T_{0,05} = 2,00$$

COMO O VALOR DE "T" EXPERIMENTAL É MENOR QUE "T" TABELADO CONCLUI-SE QUE NÃO HÁ DIFERENÇA ESTATISTICAMENTE SIGNIFICATIVO ENTRE OS DOIS CONJUNTOS DE DADOS GERADOS PARA 95% DE GRAU DE CONFIANÇA.

5.3. ESTABILIDADE

11

FORAM REALIZADOS TESTES QUANTO A ESTABILIDADE DA COR DA MANCHA EM RELAÇÃO A LUZ. GEROU-SE 4 MANCHAS COM VALORES PRÓXIMOS E EFETUOU-SE AS LEITURAS LOGO APÓS A GERAÇÃO. EM SEGUIDA MANTEVE-SE DUAS MANCHAS AO ABRIGO DA LUZ E OUTRAS DUAS EXPOSTAS A LUZ DO DIA.

CONCLUI-SE DESTE EXPERIMENTO QUE:

- MANCHAS EXPOSTAS A LUZ NÃO APRESENTAM QUALQUER ESTABILIDADE DE COR.
- MANCHAS AO ABRIGO DA LUZ NÃO SE ALTERARAM NOS 3 PRIMEIROS DIAS APÓS FORMADAS; MAS OCORREU UM DECRESCIMO DE 9% APÓS 7 DIAS.

5.4. MODIFICAÇÕES NO FILTRO ORIGINAL DO APARELHO

A SUBSTITUIÇÃO DO FILTRO ORIGINAL POR UM FRASCO BORBULHADOR CONTENDO H_2SO_4 2% (V/V), PERMITE QUE O AR SAIA COM UMA UMIDADE RELATIVA ALTA E CONSTANTE DE 80%, O QUE MELHORA A FORMAÇÃO DA MANCHA FORNECENDO UMA MAIOR SENSIBILIDADE E REPRODUTIBILIDADE AO MÉTODO (3).

VI- CONCLUSÕES

12

- A FITA IMPREGNADA NO LABORATÓRIO MOSTROU-SE MAIS SENSÍVEL E PRECISA QUE A IMPORTADA.
- USO DE UM NOVO UMIDIFICADOR, O QUAL AUMENTOU A SENSIBILIDADE E REPRODUTIBILIDADE.
- PROTEÇÃO CONTRA A LUZ NOS AMOSTRADORES DE FITA PARA H_2S QUANDO EM USO.
- TEMPO ENTRE COLETA E LEITURA DOS DADOS DE 7 DIAS NO MÁXIMO.

BIBLIOGRAFIA

- 1 - AIR REPAIR 4, 1, (1954)
- 2 - CETESB/DAMAR/GQAR - SUPERINTENDENCIA DE TECNOLOGIA DO AR - DETERMINAÇÃO DE H₂S NA ATMOSFERA POR VIA ÚMIDA - "MÉTODO DO AZUL DE METILENO" - SÃO PAULO - MARÇO 1985
- 3 - SIU, W. ET ALLI - "MODIFICATIONS TO AN H₂S TAPE SAMPLER FOR INCREASING SENSITIVITY AND ACCURACY IN H₂S SAMPLING". J.A.P.C.A. - 21 (10), 636, (1971)

Data Aquis.:

Indic.: DAMAR

Livraria: 13 pag

Preço: Cr\$

Data Tomba:

COMPANHIA DE TECNOLOGIA DE

SANEAMENTO AMBIENTAL

BIBLIOTECA

Se este livro não for devolvido dentro do prazo regulamentar, o leitor ficará sujeito às penalidades do regulamento da biblioteca.

O prazo poderá ser prorrogado se não houver pedido para este livro.