

DIRETORIA DE ENGENHARIA, TECNOLOGIA E QUALIDADE AMBIENTAL
DEPARTAMENTO DE TECNOLOGIA DO AR
DIVISÃO DE TECNOLOGIA DE AVALIAÇÃO DA QUALIDADE DO AR
SETOR DE AMOSTRAGEM E ANÁLISE DO AR

TAXA DE FLUORETO
MÉTODO DA PLACA COM TRIETANOLAMINA

CETESB	LABORATÓRIO DE ANÁLISES
BIBLIOTECA	DEPARTAMENTO DE
Av. Paulista	1578 - Freguesia de São João
CEP: 01424-000	SÃO PAULO - SP

TAXA DE FLUORETO MÉTODO DA PLACA COM TRIETANOLAMINA

INTRODUÇÃO:

Este método permite a obtenção de taxa de fluoreto através da exposição ao ar atmosférico de filtro de papel impregnado com trietanolamina, fixado em placa de Petri.

1. REAGENTES

1.1. Solução Absorvente – TEA

Em um balão de 100 mL adicionar 12,5 g de trietanolamina, 1,0 g de glicerol e 15,0 mL de acetona. Avolumar com água deionizada.

1.2. Solução TISAB – solução estoque

Em um béquer de 1 litro contendo aproximadamente 500 mL de água deionizada, adicionar 57 mL de ácido acético glacial, 58 g de cloreto de sódio e 4,0 g de CDTA (ácido ciclohexileno-dinitro-tetracético). Agitar até dissolver. Colocar o béquer em banho de gelo para esfriar. Lentamente, adicionar solução de NaOH 5M à solução, medindo continuamente o pH até 5,3. Deixar equilibrar à temperatura ambiente e transferir para balão volumétrico de 1 litro. Completar o volume com água deionizada. Agitar.

1.3. Solução estoque de fluoreto – 100µg/mL

Pesar 0,222 g de NaF previamente seco (colocado em dessecador por 4 horas) e transferir para balão volumétrico de 1 litro. Completar o volume com água deionizada. Agitar. Guardar em frasco plástico.

1.4. Solução padrão de fluoreto – 10µg/mL

Em balão de 50 mL, pipetar 5 mL de solução estoque de fluoreto e 25 mL de solução TISAB – solução estoque. Completar o volume com água deionizada. Preparar diariamente.

2. PREPARAÇÃO DAS PLACAS DE PETRI

2.1. Na parte interior da parede lateral da placa de Petri, colar em seis pontos equidistantes uma pequena bola de poliestireno, usando clorofórmio para a fixação, para ajudar a retenção do disco de papel na placa.

2.2. Cortar discos de papel de filtro qualitativo com 4,8 cm de diâmetro utilizando um vazador adequado.

2.3. Instalar o disco na placa de Petri de modo a ficar preso na mesma. Adicionar no centro de cada placa 0,5 mL de solução absorvente de TEA, deixando espalhar uniformemente.

2.4. Deixar em dessecador com CaCl_2 ou sílica gel e um pouco de parafina picada, sob vácuo, até secar.

2.5. Retirar do dessecador, fechar a placa e deixá-la aguardando a colocação no campo.

3. EXPOSIÇÃO

Remover a tampa da placa e colocá-la no suporte apropriado, com a face voltada para baixo. Para não perdê-la durante a exposição, deve-se prendê-la no suporte com alça de alumínio. A exposição é feita utilizando duas placas em paralelo por um período de 15 dias.

4. PROCEDIMENTO DE ANÁLISE

4.1. Preparação da amostra

Retirar o disco da placa de Petri com pinça e colocá-lo em um tubo de ensaio. Adicionar 10,0 mL de TISAB diluído 1:1.

4.2. Análise

4.2.1. Deixar em ultrassom por 5 minutos.

Obs.: Não prolongue este tempo para a solução da amostra não ficar aquecida, evitando que se perca fluoreto.

4.2.2. Transferir para um copo de polietileno e medir em potenciômetro com eletrodo específico para fluoreto e eletrodo de referência.

4.2.3. Através da curva de calibração, calcular a concentração.

5. CURVA DE CALIBRAÇÃO

5.1. Em 4 balões volumétricos de 10 mL, pipetar respectivamente 0,1; 0,3; 1,0 e 3,0 mL de solução padrão de fluoreto ($10 \mu\text{g/mL}$). Essas soluções vão possuir respectivamente 0,1 – 0,3 – 1,0 e 3,0 $\mu\text{gF}^-/\text{mL}$.

5.2. Adicionar 5,0 mL de solução TISAB – solução estoque, 0,5 mL de Trietanolamina e completar o volume com água deionizada. Agitar e medir no potenciômetro em escala de m.V. Exp.. Medir também o próprio padrão ($10 \mu\text{gF}^-/\text{mL}$) que corresponde ao 5.º ponto da curva.

5.3. Traçar a curva em papel mono-log ($\text{mV} \times \mu\text{gF}^-/\text{mL}$). Determinar a melhor reta, utilizando análise de regressão linear pelo método dos mínimos quadrados.

6. CÁLCULOS

$$\text{TAXA} = \frac{(A - B) \times 16500}{\text{aliquota} \times \text{dias em exposição}}$$

Obs. Caso a medida (mV) esteja fora dos valores da curva, pipetar uma alíquota menor (por exemplo 2,0 mL) da própria amostra e adicionar 8 mL de TISAB diluído.

ONDE:

Taxa = $\mu\text{g Fluoreto}/100 \text{ cm}^2 \cdot 30 \text{ dias}$.

A = concentração de fluoreto na amostra obtida a partir da curva de calibração ($\mu\text{g/mL}$).

B = Prova em branco (Placa não exposta).

Alíquota = alíquota tomada da amostra para análise (mL).

dias em exposição = número de dias em que o filtro impregnado esteve exposto ao fluoreto.

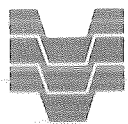
Data Anula: 03/06/04

Indic:

Livros:

Previs: 51

Data Troca: 03/06/04



CETESB

Companhia de Tecnologia de Saneamento Ambiental

Fone: (0xx11) 3030-6000 - Fax: (0xx11) 3030-6402

Telex: 1183053 CETS - BR - CEP 05459-900

Site: www.cetesb.sp.gov.br

São Paulo - SP - Brasil