



NORMA TÉCNICA

L9.213

Set/1995
15 PÁGINAS

Dutos e chaminés de fontes estacionárias determinação de fluoretos pelo método do eletrodo de ion específico: método de ensaio

Companhia Ambiental do Estado de São Paulo
Avenida Professor Frederico Hermann Jr., 345
Alto de Pinheiros CEP 05459-900 São Paulo SP
Tel.: (11) 3133 3000 Fax.: (11) 3133 3402

[http: // W W W . c e t e s b . s p . g o v . b r](http://WWW.cetesb.sp.gov.br)

CETESB	DUTOS E CHAMINÉS DE FONTES ESTACIONÁRIAS DETERMINAÇÃO DE FLUORETOS PELO MÉTODO DO ELETRODO DE ÍON ESPECÍFICO Método de ensaio	L9.213 SET/95
--------	---	----------------------

SUMÁRIO

- 1 Objetivo
- 2 Normas complementares
- 3 Aparelhagem
- 4 Execução do ensaio
- 5 Resultados

1 OBJETIVO

1.1 Esta Norma prescreve o método de determinação de fluoretos no fluxo gasoso de duto ou chaminé, pelo método do eletrodo de íon específico.

1.2 Este método permite analisar na faixa de 0,01 a 1000 µg de fluoreto por mililitro. Para concentrações menores que 0,1 µg F⁻/mL, há necessidade de maiores cuidados.

Nota: Casos especiais terão seus resultados validados após estudo e aprovação pelo órgão oficial de proteção do meio ambiente.

1.3 Esta Norma é complementar ao Decreto Estadual nº 8468, artigo 28, de 8/9/76.

2 NORMAS COMPLEMENTARES

Na aplicação desta Norma é necessário consultar:

- Norma CETESB L9.225 - Dutos e chaminés de fontes estacionárias -
 Determinação de material particulado -
 Método de ensaio
- Norma CETESB E16.030 Dutos e chaminés de fontes estacionárias -
 Calibração dos equipamentos utilizados na
 amostragem de efluentes - Procedimento

3 APARELHAGEM

3.1 Equipamento para amostragem

3.1.1 Conjunto de boquilhas de aço inoxidável com extremidades tronco-cônicas de bordas finas.

3.1.2 Sonda de material compatível com a corrosividade e temperatura do meio, provida de Pitot, de termopar e de sistema de aquecimento que evite a condensação de vapor durante a amostragem.

Nota: A temperatura na sonda deve ser mantida em 120 ± 10°C.

3.1.3 Porta-filtro de material compatível com a corrosividade e temperatura do meio, provido de suporte de filtro de aço inoxidável com abertura de 20 mesh.

3.1.4 Sistema de aquecimento capaz de manter a temperatura de 120 ± 10°C ao redor do porta-filtro, durante o período de coleta.

3.1.5 Condensador composto de quatro borbulhadores do tipo Greenburg-Smith, sendo os três primeiros compatíveis com a corrosividade e temperatura do meio, ligados em série, com conexões de material não contaminante, provido de termômetro na saída do quarto borbulhador, com menor divisão de 1°C. Os dois primeiros borbulhadores devem conter volumes conhecidos de água; o terceiro deve estar vazio e o quarto deve conter sílica-gel.

Nota: O segundo borbulhador deve ser com ponta normal e os outros três com ponta modificada.

3.1.6 Banho de gelo picado ou outro sistema equivalente de resfriamento.

3.1.7 Sistema de medição e controle, composto basicamente de:

- a) vacuômetro;
- b) válvula de agulha para controle de fluxo;
- c) bomba de vácuo;
- d) gasômetro seco, provido de um termômetro na entrada e outro na saída com menor divisão de 1°C;
- e) placa de orifício;
- f) dois manômetros diferenciais com fundo de escala de 2450 Pa (250 mmH₂O):

Nota: Os casos de pressão de velocidade inferiores a 12,7 Pa (1,3 mmH₂O) requerem o uso de manômetro de alta sensibilidade.

- g) barômetro de mercúrio ou equivalente com menor divisão de 267 Pa (2 mmHg);
- h) termômetro com menor divisão de 1°C e cujo elemento sensível ou termopar é acoplado à sonda (ver 3.1.2);
- i) cronômetro.

3.2 Aparelhagem para preparação e análise da amostra

3.2.1 Escova de náilon com cabo de aço inoxidável com comprimento um pouco maior que o da sonda.

3.2.2 Duas pissetas de polietileno de 500 mL.

3.2.3 Cilindro graduado de 250 mL e balança com precisão de 0,5 g.

3.2.4 Funil de polietileno.

3.2.5 Frascos de polietileno de alta densidade, com capacidade de 500 e 1000 mL, com tampa.

3.2.6 Placas de Petri de plástico.

3.2.7 Balão volumétrico de 1000 mL.

3.3 Aparelhagem para destilação

Deve ser conforme mostra a Figura 1, composta basicamente de:

- a) balão de destilação de 1000 mL com fundo redondo e junta esmerilhada;
- b) balão volumétrico de 250 mL;

- c) termômetro com menor divisão de 1°C na faixa de 100 a 200°C;
- d) condensador;
- e) sistema de aquecimento.

3.4 Aparelhagem para análise

- 3.4.1 Mufla capaz de atingir 600°C.
- 3.4.2 Chapa de aquecimento capaz de atingir 500°C.
- 3.4.3 Cadinho de níquel ou platina com capacidade de 75 a 100 mL.
- 3.4.4 Balança analítica com precisão de 0,1 mg.
- 3.4.5 Béquer de vidro de 1000 mL e béqueres de plástico ou copos de plástico de 50 mL.
- 3.4.6 Erlenmeyers de 500 mL.
- 3.4.7 Pipetas volumétricas de 5, 10, 20 e 25 mL.
- 3.4.8 Eletrodo de fluoreto.
- 3.4.9 Eletrodo de referência.
- 3.4.10 Potenciômetro, com escala em mV e com precisão de $\pm 0,1$ mV.

4 EXECUÇÃO DO ENSAIO

4.1 Princípio do método

O fluoreto sólido e o gasoso são coletados da fonte, sendo que o primeiro é retido no filtro e na sonda e o segundo, nos borbulhadores com água: a análise é conduzida pelo método do eletrodo de íon específico.

4.2 Reagentes e materiais (todos devem ter grau P.A.)

- 4.2.1 Sílica-gel com indicador de umidade, e granulometria de 1,0 a 3,4 mm (aproximadamente 16 a 6 mesh).
- 4.2.2 Óxido de cálcio, contendo no máximo 0,005% de fluoreto.
- 4.2.3 Indicador fenolftaleína a 0,1% em massa, em mistura de água/etanol a 1:1.
- 4.2.4 Hidróxido de sódio em pastilhas.
- 4.2.5 Ácido sulfúrico concentrado.
- 4.2.6 Água destilada e desionizada.
- 4.2.7 Solução de hidróxido de sódio 5M: dissolver 20 g de NaOH em 100 mL de água destilada e desionizada.
- 4.2.8 Ácido sulfúrico a 25% em volume.
- 4.2.9 Solução tampão TISAB: em um béquer de um litro contendo aproximadamente 500 mL de água destilada e desionizada, adicionar 57 mL de ácido acético glacial, 58 g de cloreto de sódio e 4 g de CDTA

(ácido ciclohexileno 1,2, dinitrilo tetracético). Agitar até dissolver. Colocar o béquer em banho de gelo para esfriar. Lentamente, adicionar solução de NaOH 5M, medindo continuamente o pH, até alcançar o valor 5,3. Deixar esfriar até a temperatura ambiente. Transferir para um balão volumétrico de um litro e completar o volume com água destilada e desionizada.

4.2.10 Solução-padrão de fluoreto 1000 $\mu\text{g F}^-/\text{mL}$: pesar 2,21 g de fluoreto de sódio (NaF) previamente seco no mínimo por duas horas a 110°C e resfriado em dessecador. Transferir para um balão volumétrico de um litro, dissolver e completar o volume com água destilada e desionizada. Guardar em frasco de polietileno.

4.2.11 Filtros de papel ou de membrana orgânica, que resistam a uma exposição prolongada a 135°C e que apresentem pelo menos 95% de eficiência de retenção de partículas de até 0,3 μm .

4.2.12 Filtros de papel, Whatman nº 541/41 ou equivalente.

4.3 Procedimento

Antes de iniciar a amostragem, certificar-se de que a aparelhagem esteja calibrada de acordo com a Norma CETESB E16.030.

Nota: Deve ser evitada a colocação de graxa em superfícies expostas pois pode causar baixos resultados de fluoreto, devido à adsorção.

4.3.1 Preparação preliminar

4.3.1.1 Pesar aproximadamente 200-300 g de sílica-gel, no borbulha dor que será utilizado na amostragem.

4.3.1.2 Certificar-se visualmente de que os filtros não apresentam qualquer irregularidade e identificá-los.

4.3.2 Determinação preliminar

Proceder como em 5.3.2 da Norma CETESB L9.225. Deve ser escolhida uma boquilha que não exceda à vazão de 25 L/min.

4.3.3 Preparo dos equipamentos para coleta da amostra

4.3.3.1 Colocar 100 mL de água destilada e desionizada em cada um dos dois primeiros borbulhadores, deixando o terceiro vazio, e, no quarto, cerca de 200-300 g de sílica-gel.

4.3.3.2 Pesar cada um dos borbulhadores com precisão de 0,5 g.

4.3.3.3 Montar o porta-filtro.

4.3.3.4 Montar o trem de amostragem como mostra a Figura 2. Se necessário, utilizar graxa para vedação nas conexões.

4.3.3.5 Manter os borbulhadores em banho de gelo ou sistema de resfriamento equivalente.

4.3.3.6 Efetuar teste de vazamento antes de iniciar a coleta, de acordo com o seguinte procedimento:

fechar a entrada da boquilha e ligar o sistema de aquecimento da sonda e do porta-filtro até que atinja a temperatura de $120 \pm 10^\circ\text{C}$. Abrir completamente a válvula de ajuste grosso e ligar a bomba de vácuo. Abrir parcialmente a válvula de ajuste grosso e vagarosamente fechar a válvula de ajuste fino até que se atinja uma depressão de 50,7 kPa (380 mmHg). Para eliminar a depressão do sistema, abrir vagarosamente a entrada da boquilha e desligar imediatamente a bomba.

Nota: É tolerável um vazamento de até 0,60 L/min.

4.3.4 Coleta da amostra

4.3.4.1 Durante a amostragem, manter a temperatura da sonda e do porta-filtro na faixa de $120 \pm 10^\circ\text{C}$.

4.3.4.2 Anotar a leitura inicial do gasômetro e a pressão barométrica; nivelar e zerar os manômetros antes de dar início à coleta.

4.3.4.3 Assegurar-se de que a válvula de ajuste grosso esteja completamente fechada e a de ajuste fino, completamente aberta.

4.3.4.4 Colocar a sonda no primeiro ponto de amostragem.

4.3.4.5 Ligar a bomba e abrir a válvula de ajuste grosso. Em seguida, regular a válvula de ajuste fino de maneira que a vazão de coleta seja menor que 25 L/min e, simultaneamente, acionar o cronômetro, iniciando assim a coleta no primeiro ponto.

4.3.4.6 Coletar durante pelo menos dois minutos e meio por ponto.

4.3.4.7 Anotar os dados em um formulário como o da Figura 3.

4.3.4.8 Repetir a operação nos outros pontos de amostragem. O tempo total de amostragem não deve ser inferior a 60 minutos e o volume total coletado deve ser no mínimo de 850 litros (0°C , 101325 Pa, base seca).

4.3.4.9 Durante a coleta nos vários pontos, certificar-se de que:

- a) a depressão no vacuômetro não exceda 50,7 kPa (380 mmHg). Se isto ocorrer, interromper a coleta, repetir o teste de vazamento (como indicado em 4.3.3.6), retirar o filtro, colocá-lo numa placa de Petri, colocar novo filtro, repetir o teste de vazamento (como indicado em 4.3.3.6) e anotar a taxa de vazamento, caso este ocorra;

Nota: É tolerável um vazamento de até 0,6 L/m.

- b) a temperatura dos gases que saem do último borbulhador (sílica-gel), seja inferior a 20°C ;
- c) a vazão de coleta seja menor do que 25 L/min.

4.3.4.10 Ao fim da coleta no último ponto, desligar simultaneamente a bomba e o cronômetro, retirar a sonda e registrar a indicação do gasômetro.

4.3.4.11 Fazer o teste de vazamento (como indicado em 4.3.3.6) na depressão máxima registrada durante a amostragem e anotar a taxa de vazamento, caso este ocorra.

Nota: É tolerável um vazamento de até 0,6 L/m.

4.3.4.12 Calcular o valor da isocinética de acordo com 6.1.10 b) da Norma CETESB L9.225. Considerar válida a amostragem somente se o valor encontrado estiver na faixa de 90 a 110%.

4.3.5 Preparação da amostra

4.3.5.1 Remover o conjunto sonda, boquilha, porta-filtro e borbulhadores do trem de amostragem; retirar das conexões a graxa, se utilizada, e fechar com rolha de borracha as aberturas existentes.

4.3.5.2 Transferir este conjunto para uma área limpa e protegida do vento a fim de evitar a contaminação da amostra. Limpar todas as superfícies externas do conjunto.

4.3.5.3 Pesar cada um dos borbulhadores com precisão de 0,5 g e anotar o valor obtido em um formulário, como o da Figura 4.

4.3.5.4 Transferir a água dos três primeiros borbulhadores para um frasco de polietileno (frasco nº 1). Lavar os borbulhadores e todas as conexões de vidro com água destilada e desionizada; transferir essa água de lavagem para o frasco de polietileno e fechá-lo cuidadosamente. Este frasco contém fluoreto gasoso.

4.3.5.5 Retirar o filtro do porta-filtro e colocá-lo em uma placa de Petri. Se durante a amostragem houve necessidade de trocar filtro(s) (ver 4.3.4.9 a)), colocar todos os filtros na mesma placa. Os filtros contém uma parte de fluoreto sólido.

4.3.5.6 Usando água destilada e desionizada e uma escova de náilon, remover para o frasco de polietileno (frasco nº 2) todo o material particulado depositado na boquilha, sonda e porta-filtro. Lavar até que nenhum material seja percebido visualmente, recolhendo a água de lavagem ao mesmo frasco e fechá-lo cuidadosamente. Esse frasco contém a outra parte de fluoreto sólido.

4.3.5.7 Marcar o nível do líquido de cada frasco e rotulá-los identificando completamente seu conteúdo.

4.3.6 Curva de calibração

Diariamente, antes de cada análise, construir a curva de calibração do eletrodo de íon específico, procedendo como em 4.3.6.1 a 4.3.6.9.

4.3.6.1 Preparar uma solução-padrão de fluoreto 100 $\mu\text{g F}^-/\text{mL}$ como segue:

pipetar 10 mL da solução de fluoreto 1000 $\mu\text{g F}^-/\text{mL}$ para um balão volumétrico de 100 mL e completar seu volume com água destilada e desionizada.

4.3.6.2 Preparar uma solução-padrão de fluoreto 10 $\mu\text{g F}^-/\text{mL}$ como segue:

pipetar 10 mL da solução-padrão de fluoreto 100 $\mu\text{g F}^-/\text{mL}$ para um balão volumétrico de 100 mL e completar seu volume com água destilada e desionizada.

4.3.6.3 Repetir o procedimento de diluições sucessivas e obter as soluções-padrão de fluoreto 0,1; 0,3; 1 e 3 $\mu\text{g F}^-/\text{mL}$. Medir também o próprio padrão (10 $\mu\text{g F}^-/\text{mL}$), que corresponde ao quinto ponto da curva.

4.3.6.4 Pipetar 5 mL de cada solução-padrão dentro de béqueres de polietileno. Adicionar a cada béquer 5 mL da solução-padrão TISAB.

4.3.6.5 Lavar o eletrodo com água destilada e desionizada e a seguir enxugá-lo.

4.3.6.6 Imergir o eletrodo na solução-padrão mais diluída durante três minutos sob agitação constante; ler o potencial e anotá-lo num formulário como o da Figura 5. Remover o eletrodo e mergulhá-lo em água destilada e desionizada por 30 segundos. Retirá-lo e enxugá-lo.

4.3.6.7 Repetir o procedimento anterior com as outras soluções-padrão no sentido da solução mais diluída para a mais concentrada.

4.3.6.8 Traçar a curva de calibração em papel mono-log lançando os valores do potencial na escala linear e os da concentração na escala log.

Notas: a) Os valores da concentração a usar na construção da curva devem ser os nominais; por exemplo, quando 5 mL de solução-padrão $10 \mu\text{g F}^-/\text{mL}$ são diluídos com 5 mL de solução TISAB, a concentração ainda é designada $10 \mu\text{g F}^-/\text{mL}$.

b) Para concentrações entre 1000 e $1.0 \mu\text{g F}^-/\text{mL}$ deve ser obtida uma reta. Para concentrações entre 1.0 e $0.1 \mu\text{g F}^-/\text{mL}$ alguns eletrodos se afastam da linearidade; nestes casos, devem ser utilizadas soluções-padrão adicionais com concentrações intermediárias.

4.3.6.9 Quando a amostra a analisar tiver concentração menor que $8 \mu\text{g F}^-/\text{mL}$ do destilado, é necessário construir uma curva de calibração utilizando soluções-padrão com as seguintes concentrações: 20; 10; 2.0; 1.0; 0.1 e $0.01 \mu\text{g F}^-/\text{mL}$.

4.3.7 Determinação do fluoreto de sódio

4.3.7.1 Preparação da amostra para destilação
Proceder como segue:

- verificar o nível do frasco nº 2; caso se constate alteração do nível, rejeitar a amostra;
- filtrar o conteúdo do frasco nº 2 através de filtro Whatman nº 541 ou equivalente, recolhendo o filtrado em um béquer de 1500 mL e transferir para um balão volumétrico de 1000 mL;

Nota: Se o volume do filtrado exceder 800 mL, adicionar fenolftaleína e solução de hidróxido de sódio (NaOH) até o meio ficar básico. Evaporar até 800 mL e transferir para um balão volumétrico de 1000 mL.

- colocar em um cadinho o filtro utilizado nessa filtração e o(s) utilizado(s) na coleta; adicionar alguns mililitros de água destilada e desionizada e macerá-los com uma bagueta de vidro;
- adicionar 100 mg de óxido de cálcio (CaO) ao cadinho, misturar o conteúdo até formar uma pasta fluida e adicionar algumas gotas de fenolftaleína;
- colocar o cadinho sobre uma chapa de aquecimento, aquecer em baixa temperatura ($50-60^\circ\text{C}$) até evaporar completamente;

Nota: Durante a evaporação, manter alcalina a pasta fluida, para evitar perda de fluoreto. Se o indicador tornar-se incolor durante a evaporação, adicionar óxido de cálcio até retornar a coloração rósea e continuar a evaporação até a secura.

- f) cobrir o cadinho com um vidro de relógio e aumentar lentamente a temperatura da chapa de aquecimento até que o conteúdo do cadinho se carbonize;

Nota: Este processo poderá levar algumas horas.

- g) colocar o cadinho na mufla e, lentamente, aumentar a temperatura até alcançar 600°C; manter essa temperatura até reduzir a cinzas o seu conteúdo; remover o cadinho da mufla e deixar esfriar;
- h) adicionar aproximadamente 4 g de hidróxido de sódio triturado e misturar;
- i) retornar o cadinho à mufla e fundir por 10 minutos a 600°C; removê-lo da mufla e deixá-lo esfriar até à temperatura ambiente;
- j) usando cerca de 20 mL de água destilada e desionizada quente, transferir o conteúdo do cadinho para o balão volumétrico que contém o filtrado (alínea b); repetir esse procedimento. Para assegurar a completa remoção da amostra, lavar com duas porções de 20 mL de ácido sulfúrico a 25% em volume e cuidadosamente transferir essa água de lavagem ao balão;
- l) completar o volume com água destilada e desionizada e agitar vigorosamente; deixar precipitar os sólidos não dissolvidos, se houver.

4.3.7.2 Ajuste da relação ácido/água da solução para destilação Proceder como segue:

- a) colocar 500 mL de água destilada e desionizada num balão de destilação de um litro e adicionar lentamente 250 mL de ácido sulfúrico concentrado sob agitação constante;
- b) adicionar de 20 a 30 pérolas de vidro, previamente secadas em estufa, e alguns pedaços de vidro;

Nota: É fundamental a adição das pérolas de vidro previamente secadas em estufa para evitar possível explosão do balão.

- c) montar a aparelhagem de acordo com a Figura 1;
- d) aquecer o balão de destilação até alcançar 175°C; parar o aquecimento e desprezar o destilado.

4.3.7.3 Destilação da amostra Proceder como segue:

- a) esfriar o conteúdo do balão de destilação, abaixo de 80°C;

Nota: Se, por qualquer motivo, a temperatura da solução descer até à temperatura ambiente, adicionar novas pérolas de vidro previamente secadas em estufa e aquecer novamente até 175°C.

- b) determinar o tamanho da alíquota a ser destilada, de modo que contenha menos que 0,6 mg de fluoreto, procedendo da seguinte maneira:
- pipetar 0,1; 0,5; 1,0; 3,0 e 5 mL da amostra (4.3.7.1.1) em béqueres de polietileno e adicionar água destilada e desionizada até completar um volume total de 5 mL em cada béquer;
 - adicionar 5 mL de solução tampão TISAB e misturar bem;
 - inserir os eletrodos de fluoreto e de referência na solução e determinar a diferença de potencial entre os eletrodos;
 - determinar a concentração (C) de fluoreto em cada béquer ($\mu\text{g F}^-/\text{mL}$), através da curva de calibração;
 - adotar para o cálculo da alíquota a destilar a maior concentração encontrada;
 - calcular o tamanho da alíquota a ser destilada através da seguinte fórmula:
$$\text{alíquota para destilação (mL)} = \frac{600}{C}$$
- c) pipetar no frasco de destilação uma alíquota igual ou menor do que a calculada e adicionar água destilada e desionizada até completar um volume total de 220 mL;
- d) colocar um balão volumétrico de 250 mL na saída do condensador;
- e) iniciar a destilação aquecendo o balão o mais rápido possível e coletar todo o destilado até a temperatura atingir 175°C;

- Notas:**
- a) Evitar que a solução do balão de destilação ultrapasse 175°C; caso isto ocorra, haverá passagem de ácido sulfúrico para o destilado.
 - b) Destilações muito lentas podem acarretar baixa eficiência na recuperação de fluoreto. O fluoreto, por este processo de destilação, é separado dos outros constituintes da amostra pela destilação do ácido fluossilícico. Amostras com baixa concentração de fluoreto deverão ser destiladas em primeiro lugar para eliminar contaminação pelo arraste do fluoreto da amostra mais concentrada.
 - c) O ácido no frasco de destilação pode ser utilizado tantas vezes até que haja arraste de interferentes ou seja pobre a recuperação de fluoreto. Isso pode ser verificado a cada dez destilações usando uma prova em branco (água destilada e desionizada) ou uma solução-padrão. O ácido deve ser trocado se a prova em branco exceder a 0,1 $\mu\text{g F}^-/\text{mL}$ ou o fluoreto recuperado for menor que 90%.
 - d) Após a destilação da amostra mais concentrada (ordem de mg) se tiver que fazer-se destilação de novas amostras de concentração mais baixa, então será necessária uma pré-destilação da solução de destilação a fim de remover qualquer fluoreto residual. Para isso, adicionar 220 mL de água destilada e desionizada ao balão de destilação e destilar como no caso do ajuste da relação ácido/água (item 4.3.7.2).

- f) completar o volume do balão que contém o destilado coletado com água destilada e desionizada e agitar vigorosamente.

4.3.7.4 Determinação da concentração

Proceder como segue:

- a) agitar o balão volumétrico que contém o destilado e pipetar 5 mL dessa solução num béquer de polietileno de 50 mL;
- b) adicionar ao béquer 5 mL da solução-tampão TISAB e misturar bem;
- c) imergir os eletrodos de fluoreto e de referência dentro da solução e agitar. Após três minutos, anotar a diferença de potencial entre eletrodos (mV);
- d) determinar a concentração de fluoreto através da curva de calibração.

Nota: Se a concentração for tão alta que se encontre próxima do limite de aplicabilidade do método, deve-se proceder a uma diluição da amostra por um fator múltiplo de 10 (dez). Neste caso, ao determinar a concentração pela curva de calibração, deve-se levar em consideração o fator de diluição.

4.3.8 Determinação do fluoreto gasoso

Transferir a amostra do frasco nº 1 (4.3.5.4) para um balão volumétrico de 1000 mL e completar seu volume com água destilada e desionizada. Agitar e proceder como em 4.3.7.4.

4.4 Representatividade da amostragem

É necessário que a amostragem seja representativa das condições de operação da fonte de emissão. Deve-se, então, efetuar pelo menos duas determinações de fluoreto total por fonte. A amostragem deve ser considerada representativa se os resultados obtidos em cada coleta não forem discrepantes entre si.

5 RESULTADOS

5.1 Cálculos

5.1.1 Efetuar os cálculos previstos em 6.1.1 a 6.1.13 da Norma CETESB L9.225.

5.1.2 Calcular a massa de fluoreto sólido (M_{FS}) e fluoreto gasoso (M_{FG}), a concentração de fluoreto total (C_{Ft}) e a taxa de emissão de fluoreto total (T_{eFt}) pelas seguintes fórmulas, respectivamente:

$$M_{FS} = \frac{C_{FS} \cdot V_d \cdot V_{ta} \cdot F_d}{1000 \cdot V_a}$$

$$M_{Fg} = \frac{C_{Fg} \cdot V_{ta}}{1000}$$

$$C_{Ft} = \frac{M_{Fs} + M_{Fg}}{V_{gn}}$$

$$T_{eFt} = 10^{-6} \cdot C_{Ft} \cdot Q_{nbs}$$

onde:

- M_{Fs} = massa de fluoreto sólido contido na amostra, em mg
 C_{Fs} = concentração de fluoreto sólido obtido pela curva de calibração, em $\mu\text{g F}^-/\text{mL}$
 V_d = volume do destilado coletado e completado, em mL
 V_{ta} = volume total da amostra, em mL
 F_d = fator de diluição (se necessário), adimensional
 V_a = volume da alíquota, em mL
 M_{Fg} = massa de fluoreto gasoso contido na amostra, em mg
 C_{Fg} = concentração de fluoreto gasoso obtido pela curva de calibração, em $\mu\text{g F}^-/\text{mL}$
 C_{Ft} = concentração de fluoreto total nas condições normais base seca, em $\text{mg F}^-/\text{N m}^3$
 V_{gn} = volume do gás medido no gasômetro, nas condições normais, base seca, em N m^3
 T_{eFt} = taxa de emissão de fluoreto total, em kg/h
 Q_{nbs} = vazão do efluente gasoso nas condições normais, base seca, em $\text{N m}^3/\text{h}$.

5.2 Relatório

Do relatório deve constar pelo menos:

- a) o número desta Norma;
- b) a massa de fluoreto sólido;
- c) a massa de fluoreto gasoso;
- d) a concentração total de fluoreto;
- e) a taxa de emissão;
- f) a data;
- g) o nome do técnico amostrador;
- h) outras informações consideradas de importância para o caso.

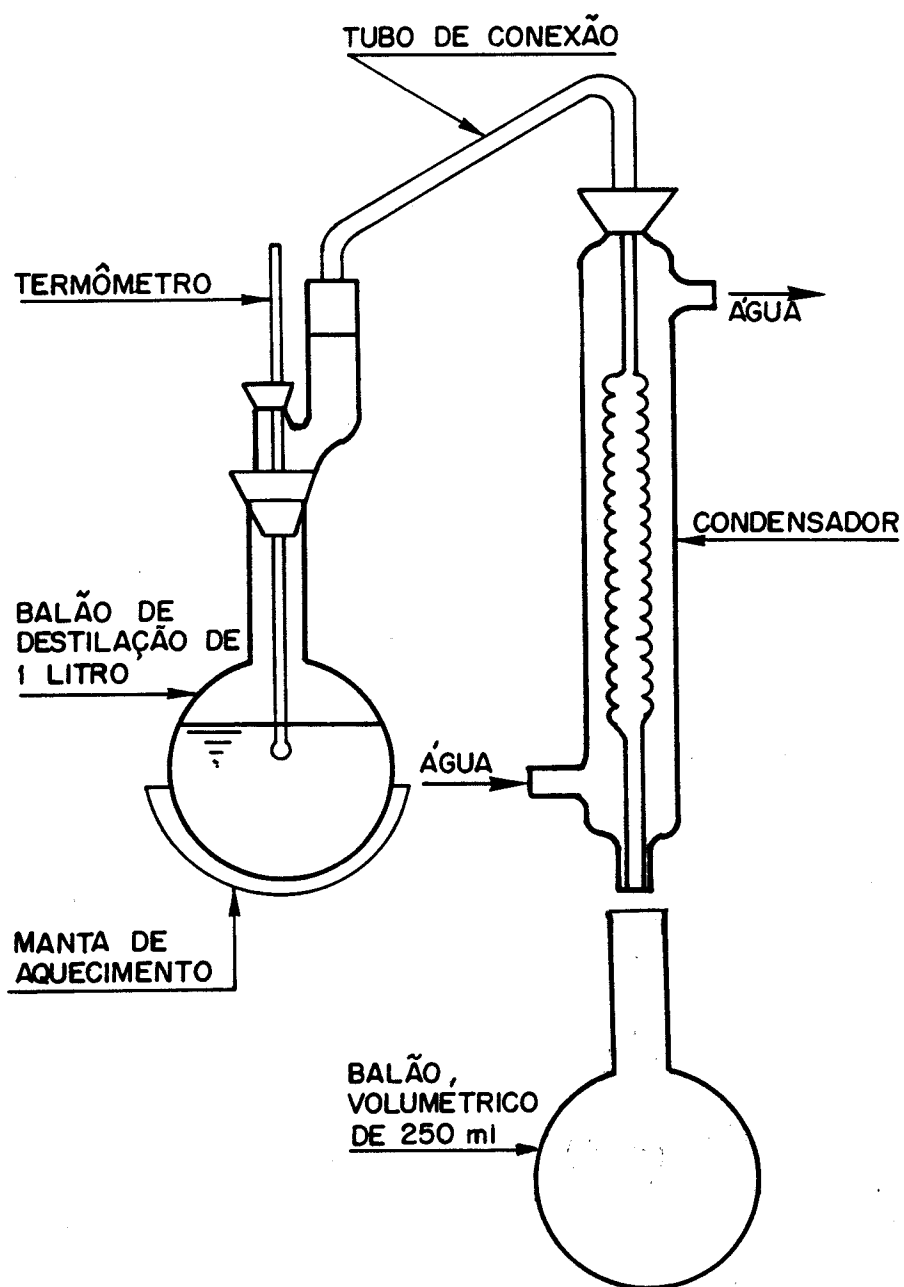


FIGURA 1 - Aparelhagem para destilação

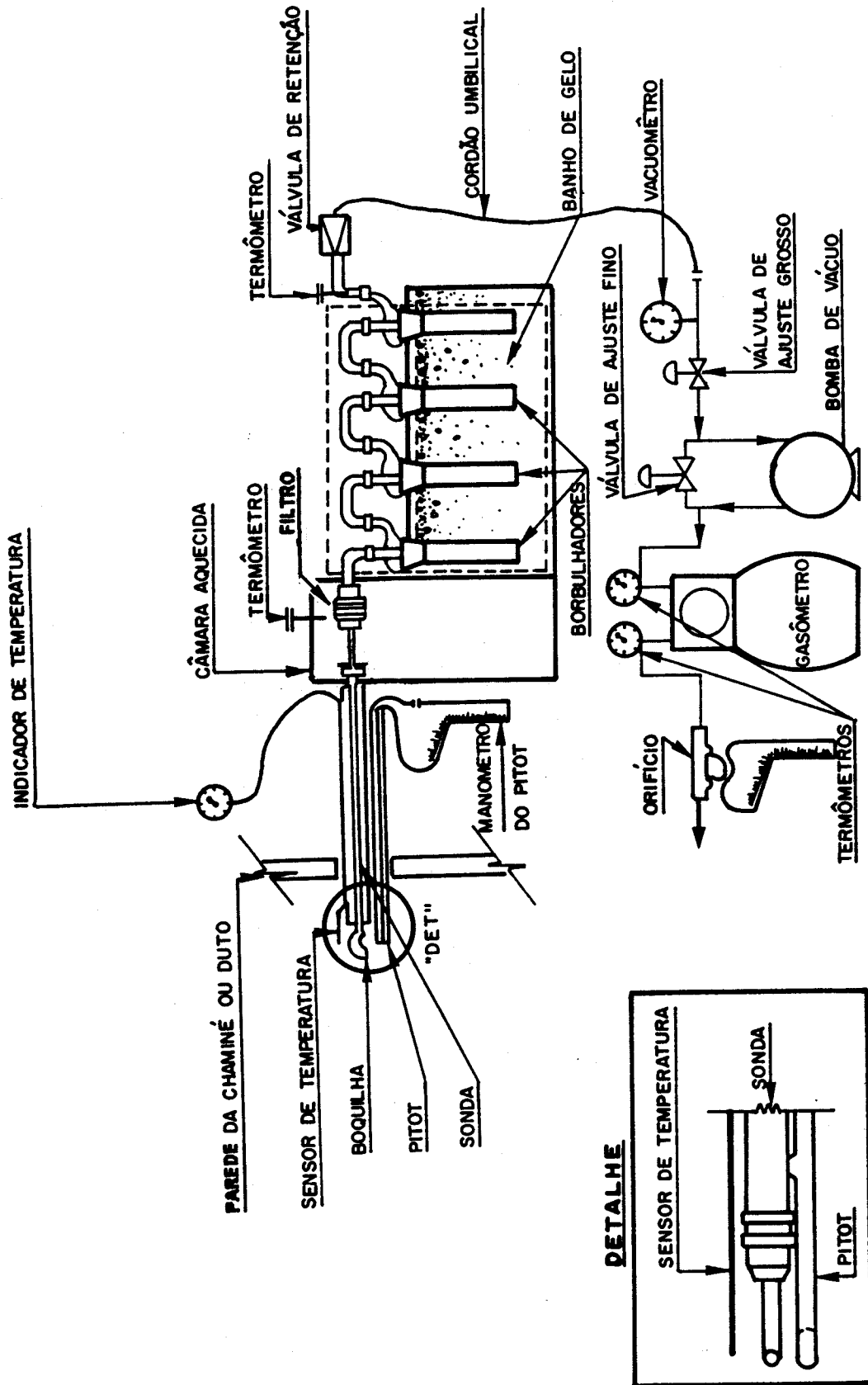


FIGURA 2 - Trem de amostragem para coleta de fluoreto

FIRMA : _____ DATA : ____/____/____ PROCESSO : _____

TEMPO : _____ LOCAL : _____ patm : _____

INÍCIO : _____ TÉRMINO : _____ T. AMBIENTE : _____

PONTO	TEMPO	DISTÂNCIA	VOLUME DO GÁS	ΔP	ΔH	VÁCUO	TEMPERATURA					
							GASÔMETRO		BORBU- LHADOR	PORTA- FILTRO	CHAMINÉ	
							ENTRADA	SAÍDA				

$(\sqrt{\Delta P})_m$ ΔH

EQUIPE:
 1. _____
 2. _____
 3. _____

_____ COLETA / AMOSTRAGEM

FIGURA 3 - Modelo de folha de campo

FIRMA _____	DATA <u> / / </u>	COLETA/AMOSTRAGEM _____	
BORBULHADOR	MASSA DE ÁGUA COLETADA (g)		
	FINAL	INICIAL	DIFERENÇA
1			
2			
3			
4			
TOTAL			

FIGURA 4 - Formulário

DATA / / DATA DA PREPARAÇÃO DO PADRÃO / /

Nº DO ELETRODO _____

TEMPERATURA DO PADRÃO _____

CONCENTRAÇÃO DA SOLUÇÃO-PADRÃO DE FLUORETO ($\mu\text{gF}^-/\text{mL}$)	POTENCIAL DO ELETRODO (mV)
0,1	
0,3	
1	
3	
10	

FIGURA 5 - Modelo de formulário para determinar a curva de calibração