



**DIÓXIDO DE ENXOFRE NO AR AMBIENTE  
DETERMINAÇÃO DA CONCENTRAÇÃO  
PELO MÉTODO DA PARARROSANILINA**

**01.043  
NBR 9546  
SET/1986**

**Método de ensaio**

**SUMÁRIO**

- 1 Objetivo
- 2 Aparelhagem
- 3 Execução do ensaio
- 4 Resultados

ANEXO – Análise de regressão linear pelo método dos mínimos quadrados

**1 OBJETIVO**

**1.1** Esta Norma prescreve o método da pararrosanilina para determinação da concentração de dióxido de enxofre (SO<sub>2</sub>) no ar ambiente.

**1.2** Esta Norma é aplicável à medida da concentração de SO<sub>2</sub> no ar atmosférico usando-se períodos de amostragem de até 24 h.

**2 PARELHAGEM**

**2.1 De amostragem**

**2.1.1 Borbulhador**

Podem ser usados borbulhadores construídos totalmente de vidro, comumente usados em amostragens de ar (ver Figura 1).

**2.1.2 Bomba de vácuo**

Capaz de manter um diferencial de pressão maior que 70 kPa (0,7 atm) no orifício crítico, à vazão desejada.

**2.1.3 Rotâmetro ou orifício crítico**

Pode ser usado um rotâmetro calibrado ou um orifício crítico capaz de manter a vazão desejada com um erro menor que 2%. Uma agulha hipodérmica que dê, a vazão desejada pode ser usada como orifício. Deve-se usar um filtro-membrana para proteger a agulha (ver Figura 2).

**2.1.4 Balança**

Balança sensível a 0,1 mg.

Origem: ABNT - 1:61.02-002/1985

CB-1 – Comitê Brasileiro de Mineração Metalurgia

CE-1: 61.02- Comissão de Estudo de Medição da Qualidade do Ar.

**SISTEMA NACIONAL DE METROLOGIA,  
NORMALIZAÇÃO E QUALIDADE INDUSTRIAL**

**ABNT – ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS  
TÉCNICAS**

©

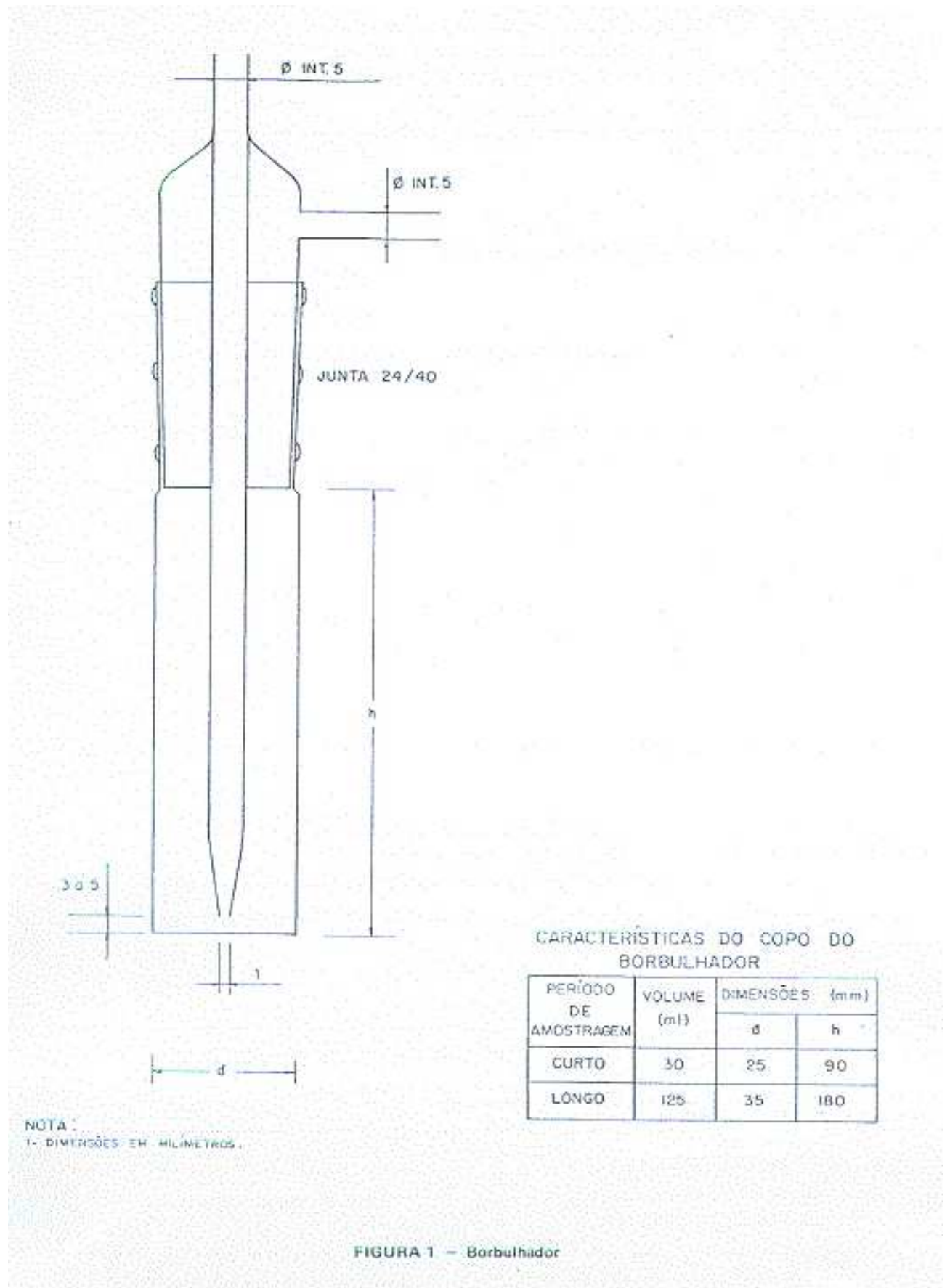
**Palavras-Chave:** ar ambiente, método da  
pararrosanilina, dióxido de enxofre

**NBR 3 NORMA BRASILEIRA REGISTRADA**

CDU: 661.24:543

Todos os direitos reservados

17 páginas



CARACTERÍSTICAS DO COPO DO BÓRBULHADOR

PERÍODO DE AMOSTRAGEM	VOLUME (ml)	DIMENSÕES (mm)	
		d	h
CURTO	30	25	90
LONGO	125	35	180

FIGURA 1 - Borbulhador

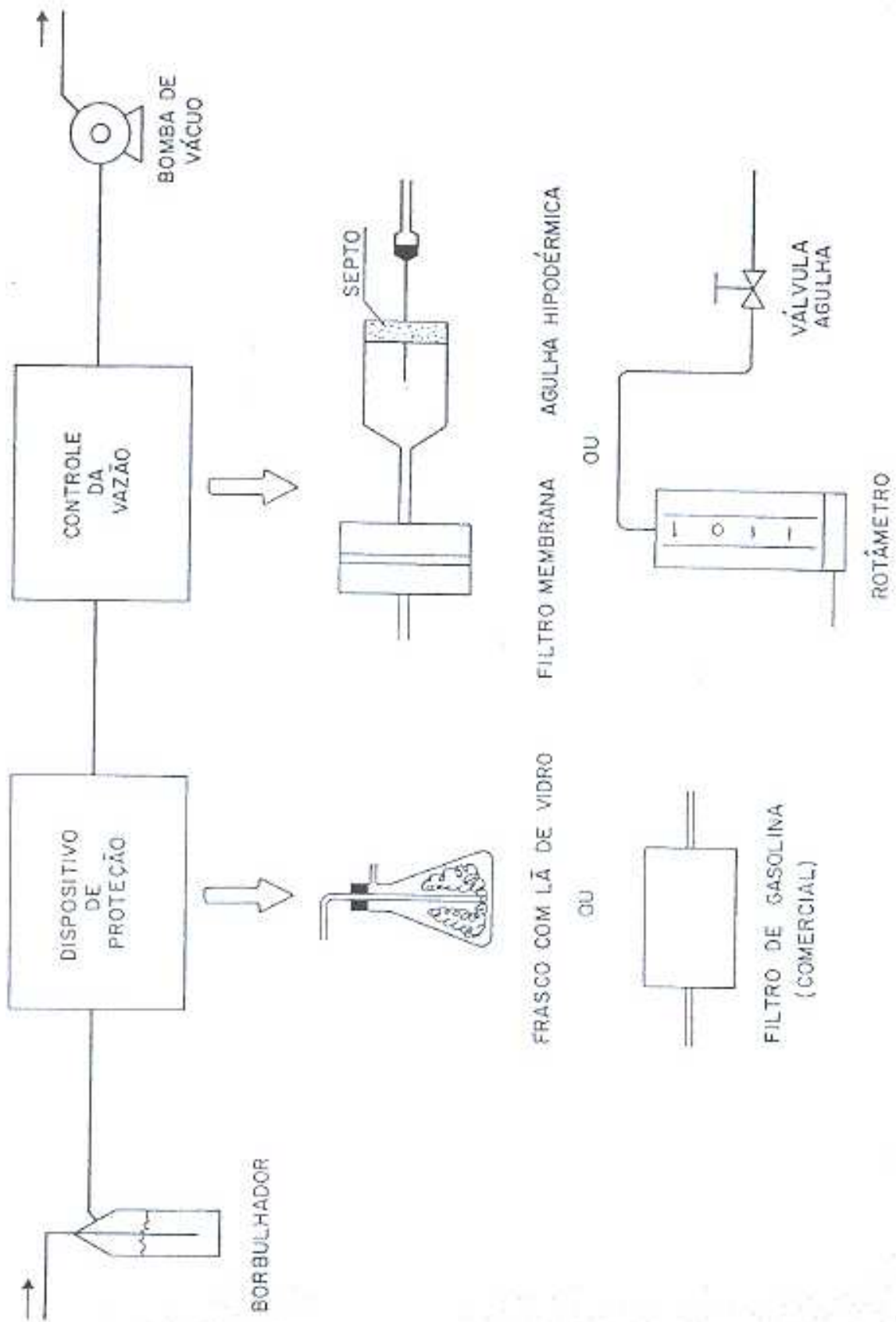


FIGURA 2 - Esquema de montagem para amostragem

## 2.2 De análises

### 2.2.1 Espectrofotômetro

**2.2.1.1** Adequado para a medida de absorvância a 548 nm, com uma largura de banda efetiva menor que 15 nm; quando a largura de banda for maior, podem ocorrer problemas com o ensaio em branco dos reagentes.

**2.2.1.2** A calibração de comprimento de ondas do instrumento deve ser verificada.

**2.2.1.3** Se a medida for realizada em unidade de transmitância, pode ser expressa em unidade de absorvância através da seguinte fórmula:

$$A = \text{Log}_{10} \left( \frac{1}{T} \right)$$

onde:

A = absorvância da amostra

T = transmitância da amostra

## 3 EXECUÇÃO DO ENSAIO

### 3.1 Princípio do método

O dióxido de enxofre (SO<sub>2</sub>) é absorvido do ar em uma solução de tetracloromercurato de potássio (TCM). Forma-se um diclorossulfitomercurato complexo, que resiste à oxidação por oxigênio do ar. Uma vez formado, este complexo é estável frente a oxidantes fortes (ozônio, óxidos de nitrogênio). O complexo reage com pararrosanilina e formaldeído para formar o ácido metil-pararrosanilina sulfônico, intensamente colorido. A absorvância da solução é medida espectrofotometricamente.

### 3.2 Alcance de concentração e sensibilidade

**3.2.1** Concentrações de SO<sub>2</sub> na faixa de 25 a 1050 µg/m<sup>3</sup> (0,01 a 0,40 ppm) podem ser medidas nas condições dadas. Podem-se medir concentrações abaixo de 25 µg/m<sup>3</sup>, amostrando-se volumes maiores de ar, desde que se determine antes a eficiência de absorção do sistema em particular. Concentrações mais altas que 1050 µg/m<sup>3</sup> podem ser medidas coletando-se, volumes menores de amostra de ar, usando-se um maior volume de reagente absorvente ou tomando-se uma alíquota da solução da amostra coletada. A lei de Beer é seguida na faixa de 0,03 a 1,0 unidade de absorvância (0,8 a 27 µg de íon sulfito em 25 ml de solução, computado como SO<sub>2</sub>).

**3.2.2** O limite inferior de detecção de SO<sub>2</sub> em 10 ml de TCM é 0,75 µg, representando uma concentração de 25 µg/m<sup>3</sup> de SO<sub>2</sub> (0,01 ppm) numa amostra de 30L de ar.

### 3.3 Interferências

Os efeitos das principais interferências conhecidas são minimizados ou eliminados. As interferências dos óxidos de nitrogênio são eliminadas com ácido sulfâmico; a do ozônio é eliminada por espera antes da análise, e a de metais pesados é eliminada com EDTA (sal dissódico do ácido etilenodiaminotetracético) e ácido, do

Fosfórico. Pelo menos 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).

### 3.4 Precisão e exatidão e estabilidade

**3.4.1** Usando-se amostras-padrão, o desvio-padrão relativo é 4,6%, para um intervalo de confiança de 95%.

**3.4.2** A estabilidade da solução, de diclorossulfitomercurato é dependente da temperatura. A perda de SO<sub>2</sub> é relacionada à temperatura e ao tempo de armazenagem (ver Tabela).

**TABELA - Variação percentual da concentração de SO<sub>2</sub> na solução de TCM causada por exposição da solução a diferentes temperaturas por diferentes períodos de tempo.**

Temperatura (°C)	Períodos de exposição (dias)							
	0 (A)	1	2	3	4	5	6	7
5	99,9	99,8	99,8	99,8	99,7	99,7	99,6	99,6
10	99,9	99,8	99,7	99,6	99,5	99,4	93,5	99,2
15	99,8	99,4	99,0	98,6	98,2	97,8	97,4	97,0
20	99,6	98,7	97,8	96,9	96,1	95,2	94,3	93,5
25	98,9	96,7	94,4	92,2	90,2	88,1	86,1	84,2
30	97,4	92,2	87,4	82,8	78,5	74,3	70,4	66,7
35	95,1	84,0	74,1	65,5	57,9	51,3	45,2	39,9
40	87,6	66,8	50,8	38,7	29,5	22,5	17,2	13,0
45	75,3	41,4	22,7	12,5	6,9	3,8	1,9	1,1
50	56,3	15,6	4,3	1,2	0,9	0,1	0	0

(A) Significa o valor no fim da amostragem.

**3.4.3** Quando as amostras são guardadas por 30 dias a 5° e, as perdas de SO<sub>2</sub> ocorridas não são significativas. A presença de EDTA aumenta a estabilidade do SO<sub>2</sub> em solução, e a taxa de perda de SO<sub>2</sub> independe da concentração.

### 3.5 Reagentes

#### 3.5.1 Água destilada

Deve ser livre de oxidantes.

### 3.5.2 Reagente absorvente

**3.5.2.1** Dissolver 10,86 g de cloreto de mercúrio (II), 0,066 g de EDTA (sal disódico do ácido etilenodiaminotetracético) e 6,0g de cloreto de potássio em água destilada num balão volumétrico de 1000 ml e completar o volume até a marca

**3.5.2.2** Cuidados especiais devem ser tomados no manuseio do reagente de forma a evitar contato com a pele e ingestão.

**3.5.2.3** O pH deste reagente deve ser aproximadamente 4, mas foi demonstrado que não há grande diferença na eficiência de coleta na faixa de pH entre 3 e 5. O reagente absorvente é, em geral, estável por 6 meses. Se algum precipitado se formar no reagente, descartá-lo e preparar um novo.

**Nota:** Soluções contendo mercúrio não devem ser despejadas no sistema de esgotos. Devem ser armazenadas em frascos para posterior destinação adequada.

**3.5.2.4** A solução assim preparada contém tetracloromercurato de potássio (TCM) em concentração 0,04 M.

### 3.5.3 Ácido sulfâmico 0,6%

Dissolver 0,6 g de ácido sulfâmico em 100 ml de água destilada. Preparar esta solução no dia de seu uso.

### 3.5.4 Formaldeído 0,2%

Diluir 5 ml de formaldeído (solução 36 - 38%) para 1000 ml com água. Preparar esta solução no dia de seu uso.

### 3.5.5 Solução de iodo 0,1 N

Colocar 12,7 g de iodo em um copo de 250 mL, adicionar 40 g de iodeto de potássio e 25 ml de água destilada. Agitar até completa dissolução, transferir para um balão volumétrico de 1000 ml e completar o volume com água destilada.

### 3.5.6 Solução de iodo 0,01 N

Diluir 50 ml da solução de iodo 0,1 N para 500 ml com água destilada.

### 3.5.7 Solução indicadora de amido

Triturar 0,4 g de amido solúvel e 0,002 g de iodeto de mercúrio (II) com um pouco de água. Adicionar a pasta lentamente em 200 ml de água fervente. Continuar aquecendo até que a solução fique clara, esfriar e transferir a solução para um vidro de tampa esmerilhada.

### 3.5.8 Solução de tiosulfato 0,1 N

**3.5.8.1** Dissolver 25 g de tiosulfato de sódio ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) em 1000 mL de água destilada, previamente fervida e depois resfriada. Adicionar 0,1 g de carbonato de sódio à solução, deixando-a em repouso por 1 dia antes da padronização.

**3.5.8.2** Para fazer a padronização, pesar com aproximação de 0,1 mg cerca de 1,5 g do padrão primário iodato de potássio secado a 180°C. (até massa constante), transferir para balão volumétrico de 500ml e diluir até a marca. Homogeneizar. Pipetar 50ml de solução de iodato para um erlenmeyer de 500ml com tampa esmerilhada. Adicionar 2 g de iodeto de potássio e 10ml de ácido clorídrico 1N. Fechar o erlenmeyer. Depois de 5 min, titular com tiosulfato 0,1N até amarelo-pálido. Adicionar 5ml da solução indicadora de amido e continuar a titulação até o desaparecimento da cor azul. Calcular anormalidade da solução de tiosulfato usando a expressão:

$$N = \frac{m}{V} \cdot 2,80$$

onde:

N = normalidade da solução de tiosulfato

V = volume da solução de tiosulfato gasto, em ml

m = massa de iodato de potássio, em g

$$2,80 = \frac{10^3 \text{ (conversão de g a mg)} \times 0,1 \text{ (fração do iodato usado)}}{35,67 \text{ (equivalente-grama do iodato de potássio)}}$$

**3.5.9** *Solução tituladora de tiosulfato 0,01 N*

Pipetar 100 ml de solução de tiosulfato 0,1 N para um balão volumétrico de 1000 ml e completar com água destilada recém-fervida. Preparar esta solução no dia de seu uso. A normalidade da solução diluída é calculada por:

$$\text{Normalidade} = \text{Normalidade da solução } 0,1 \text{ N} \times 0,100$$

**3.5.10** *O Solução-padrão de sulfito para preparação da solução sulfito -TCM*

Dissolver 0,30 g de metabissulfito de sódio ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ ) ou 0,40 g de sulfito de sódio ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ) em 500ml 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 320-400  $\mu\text{g/ml}$  de  $\text{SO}_2$ . 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 de retorno, utilizar dois erlenmeyers (A e B) de 500ml com tampa esmerilhada. Pipetar em cada um 50ml de iodo 0,01 N. Ao erlenmeyer A (branco) adicionar 25ml de água destilada, e ao erlenmeyer B (amostra.) pipetar 25ml de solução de sulfito. Fechar os erlenmeyers e deixar reagir por 5 min. Preparar a solução sulfito-TCM (ver 3.5.11) ao mesmo tempo em que se adiciona iodo aos erlenmeyers. Utilizando uma bureta, titular cada erlenmeyer com tiosulfato 0,01 N (ver 3.5.9) até amarelo-pálido. Adicionar então 5ml de amido e continuar a titulação até o desaparecimento da cor azul.

### 3.5.11 Solução sulfito-TCM

3.5.11.1 Pipetar exatamente 2ml da solução de sulfito para um balão de 100ml e completar o volume com a solução TCM 0,04 M.

3.5.11.2 Calcular a concentração de SO<sub>2</sub> na solução sulfito-TCM da seguinte forma:

$$C = \frac{(V - V_1) N 32000}{25} 0,02$$

onde:

C = concentração de SO<sub>2</sub> na -solução, em µg/ml

V = volume da solução de tiosulfato gasto no branco, em ml

V<sub>1</sub> = volume da solução de tiosulfato gasto na amostra, em ml

N = normal idade da solução de tiosulfato (ver 3.5.9)

32000 = massa miliequivalente de SO<sub>2</sub>, em µg

25 = volume da solução-padrão de sulfito, em ml

0,02 = fator de diluição

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

### 3.5.12 Solução-estoque de pararrosanilina purificada 0,2%

#### 3.5.12.1 Especificações

A pararrosanilina deve atender rigorosamente às seguintes especificações:

- deve ter um máximo de absorvância a 540 nm, quando em meio tamponado com ácido acético (0,1M)/acetato de sódio (0,1M);
- a absorvância da prova branca (ver 3.6.4), que é sensível a temperatura (0,015 unidade de absorvância/ °C), não deve exceder a 0,170 unidade de absorvância a 22°C, usando celas ge 1 cm de caminho ótico;
- a curva de calibração (ver 3.7.2.1) deve ter uma inclinação de 0,030 ± 0,002 unidade de absorvância/µg de SO<sub>2</sub>, cela de 1cm e solução de sulfito padronizada de acordo com 3.5.10.

#### 3.5.12.2 Preparação da solução-estoque 0,2%

Esta solução deve ser preparada e purificada como segue:

- em um funil de separação de 500ml, colocar 200ml de ácido clorídrico 1N e 200ml de álcool n-butílico. Agitar para que ocorra equilíbrio entre as fases. Após a separação das fases, colocá-las em frascos diferentes para uso posterior;



b) pesar 0,2 g de cloridrato de pararrosanilina em copo de 100ml. Adicionar, em pequenas porções, 100ml de HCl equilibrado, e transferir a solução para um funil de separação de 500ml. Ao mesmo funil adicionar 100ml de álcool n-butílico equilibrado, agitando a mistura a cada 10 min, repetindo a agitação por três vezes. Aguardar a completa separação entre as fases. A fase inferior do funil deve passar então por mais quatro extrações com álcool n-butílico equilibrado. Para isso, utilizar 4 funis, colocando no primeiro 40ml de álcool n-butílico equilibrado e nos três funis restantes 20ml do álcool. Transferir a fase inferior do último funil para um balão volumétrico de 100ml, filtrando a solução em algodão. Em seguida lavar o filtro com ácido clorídrico equilibrado até completar o volume à marca. Guardar essa solução em frasco escuro com a designação de solução de pararrosanilina-estoque.

### **3.5.13** *Solução de trabalho de pararrosanilina*

Em um balão de 250ml, pipetar mais 0,2ml da solução-estoque (ver 3.5.12.2 ) para cada 1% de impureza da pararrosanilina. Adicionar 25ml de ácido fosfórico 3M e diluir até a marca com água destilada. Este reagente é estável por 9 meses no mínimo.

#### **3.5.13.1** Verificação do pH da solução de trabalho:

- a) em um balão de 25ml, colocar 1ml de solução de ácido sulfâmico 0,6%, 2ml de solução de formaldeído 0,2% e 5ml de solução de trabalho de pararrosanilina. Completar até a marca com solução de TCM 0,04M. Medir o pH dessa solução;
- b) o pH deve ser  $1,6 \pm 0,1$ . Caso esse valor não seja atingido, fazer correção de pH na solução-estoque.

### **3.6** *Procedimento*

São descritos procedimentos de amostragem de curta duração (30 min e 1h) e de longa duração (24 h). Pode-se fazer diferentes combinações de vazão e tempo de amostragem para atender aos requisitos do método.

#### **3.6.1** *Amostragem de 30 min e de 1 h.*

**3.6.1.1** Montar o sistema mostrado na Figura 2. Colocar 10ml de solução absorvente no borbulhador apropriado. Coletar a amostra a uma vazão de 1l/min durante 30 min ou 0,5 l/min durante 1h, usando rotâmetro ou orifício crítico para controlar a vazão. É conveniente proteger o reagente absorvente da luz solar direta, durante e após a amostragem, cobrindo o borbulhador com folha de alumínio, para evitar decomposição.

**3.6.1.2** Determinar o volume de ar amostrado multiplicando a vazão de amostragem pelo tempo em minutos. Anotar a pressão atmosférica e a temperatura. Remover e tampar o borbulhador. Se o período entre o fim da coleta e a análise for superior a 1 dia, manter a amostra a 5°C.

### **3.6.2** *Amostragem de 24 h*

Colocar 50ml de solução absorvente em um borbulhador e coletar a amostra a uma vazão de 0,2 l/min durante 24 h. Proteger a solução absorvente de luz solar direta durante a coleta e o armazenamento da amostra. Determinar o volume total amostrado multiplicando a vazão pelo tempo de amostragem em minutos. Se o período entre o fim da coleta e a análise for superior a 1 dia, manter a amostra a 5°C.

### **3.6.3** *Preparação da amostra*

#### **3.6.3.1** *Amostras de 30 min e 1 h*

Transferir a amostra quantitativamente para um balão de 25ml. Usar cerca de 5 ml de água destilada para lavagem do borbulhador. Esperar 20 min antes da análise para possibilitar a decomposição do ozônio.

#### **3.6.3.2** *Amostra de 24 h*

Transferir a amostra para um balão de 50 ml e completar o volume com solução absorvente. Pipetar 5 ml dessa solução para um balão volumétrico de 25 ml. Adicionar 5 ml de solução absorvente. Esperar 20 min antes da análise para possibilitar a decomposição do ozônio.

### **3.6.4** *Determinação*

**3.6.4.1** Para cada série de determinações, utilizando balão volumétrico de 25 ml preparar um ensaio em branco com os reagentes, tomando 10 ml de solução absorvente não exposta.

**3.6.4.2** Preparar uma solução-controle adicionando 2 ml de solução sulfito-TCM e 8 ml de solução absorvente em um balão volumétrico de 25 ml.

**3.6.4.3** A cada balão contendo amostra, solução-controle e ensaio em branco, adicionar 1 ml de ácido sulfâmico 0,6% e deixar reagir por 10 min a fim de eliminar o nitrito proveniente dos óxidos de nitrogênio. Em seguida adicionar 2 ml de solução 0,2% de formaldeído e então 5 ml de solução de trabalho de pararrosanilina. Anotar a hora. Completar o volume de todos os balões até a marca com água destilada, recentemente fervida e resfriada. Agitar vigorosamente os balões.

**3.6.4.4** Depois de 30 em antes 60 min medir as absorvâncias da amostra (A), do ensaio em branco (A<sub>0</sub>) e da solução-controle a 548 nm, usando celas de caminho ótico de 1cm. Usar água destilada para acertar o espectrofotômetro e não o ensaio em branco. Isto é importante pois o branco é sensível a mudanças de temperaturas

tura e essas mudanças podem ocorrer no compartimento das celas do espectrofotômetro. Não deixar as soluções coloridas nas celas porque pode se formar uma película colorida nas paredes. Lavar as celas com álcool após o uso. Se a temperatura no momento das determinações não diferir mais que 2°C da temperatura de calibração (3.7.2.1), a leitura do ensaio em branco não deve diferir mais que 0,03 unidade de absorvância da leitura no momento da calibração (3.7.2.1). Se isso ocorrer., preparar uma nova curva.

### **3.6.5** *Faixa de absorvância*

Se a amostra apresentar uma absorvância entre 1,0 e 2,0, diluí-la na proporção de 1:1 com uma parte do ensaio em branco e, logo após determinar a nova absorvância. Soluções com absorvância mais altas podem ser diluídas até seis vezes (1+5) com o ensaio em branco, obtendo-se valores de absorvância em erro interior a 10%.

## **3.7** *Calibração e eficiência*

### **3.7.1** *Rotâmetro e orifício crítico*

Calibrar o rotâmetro ou orifício crítico contra um medidor do tipo bolha. A determinação de vazão, quando utilizado um orifício crítico, deve ser feita com a aparelhagem de amostragem completa.

### **3.7.2** *Curvas de calibração*

São apresentados a seguir dois procedimentos alternativos de calibração.

#### **3.7.2.1** *Procedimento usando solução de sulfito:*

- a) pipetar 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 e 4,0 ml de solução de sulfito-TCM (ver 3.5.11) para balões volumétricos de 25 ml. Completar o volume para 10 ml com reagente absorvente. Nesse ponto, adicionar os outros reagentes como foi descrito na seção 3.6.4. Para se obter a máxima precisão, usar um banho de temperatura constante;
- b) a temperatura de calibração deve ser mantida constante dentro de  $\pm 1^\circ\text{C}$ , e deve ser feita entre 20 e 30°C (o que se obtém, por exemplo, mantendo-se o balão em banho de água). A temperatura de calibração e a temperatura de análise não devem diferir mais que 2°C;
- c) fazer um gráfico de absorvância versus  $\mu\text{g}$  de  $\text{SO}_2$ . A quantidade de  $\text{SO}_2$  ( $\mu\text{g}$  de  $\text{SO}_2$ ) na solução é igual ao produto da concentração da solução sulfito-TCM (ver 3.5.11), em  $\mu\text{g}$   $\text{SO}_2/\text{ml}$ , pelo volume dessa solução, em ml, adicionado a cada balão. Deve-se obter uma reta cujo ponto de interseção com o eixo das ordenadas esteja abaixo de 0,03 unidade de absorvância. Determinar a melhor reta usando análise de regressão linear pelo método dos mínimos quadrados (Anexo). Determinada a inclinação da reta (ver seção 3.5.12.1 para especificação sobre inclinação da reta), calcular o seu inverso ( $B_s$ ).

Esse fator de calibração,  $B_s$  pode ser usado para o cálculo dos resultados, desde que não haja grandes mudanças de pH e diferenças de temperatura de  $\pm 2^\circ\text{C}$ . Uma curva de calibração deve ser efetuada mensalmente. Alternativamente, uma solução-controle, contendo uma quantidade conhecida de  $\text{SO}_2$ , deve ser analisada juntamente com cada série de amostras, para se constatar a validade do fator.

### 3.7.2.2 Procedimento usando tubos de permeação de $\text{SO}_2$ :

#### a) considerações gerais

- misturas gasosas com quantidades conhecidas de  $\text{SO}_2$ , em níveis adequados, podem ser preparadas usando-se tubos de permeação. O tubo de permeação emite  $\text{SO}_2$  a uma taxa conhecida, constante, desde que a temperatura do tubo não varie mais que  $\pm 0,1^\circ\text{C}$ . A temperatura de operação deve ser a de calibração. O  $\text{SO}_2$  permeado através do tubo é carregado por um baixo fluxo de gás inerte para uma câmara de mistura, onde é diluído com ar isento de  $\text{SO}_2$ , até a concentração desejada, quando então toma-se a amostra. Os sistemas são mostrados esquematicamente nas Figuras 3 e 4;

#### b) preparação de atmosfera-padrão

- tubos com taxa de permeação entre 0,2 e 0,4  $\mu\text{g}/\text{min}$ , uma vazão de gás inerte de cerca de 50  $\text{ml}/\text{min}$  e uma vazão de ar de diluição entre 1 e 15  $\text{l}/\text{min}$  fornecem atmosferas-padrão em concentrações adequadas de  $\text{SO}_2$  (25 a 390  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ , 0,01 a 0,15 ppm). A concentração de  $\text{SO}_2$ , em qualquer atmosfera-padrão, pode ser calculada da seguinte maneira:

$$C_{\text{SO}_2} = \frac{P \cdot 10^3}{Q_d + Q_i}$$

onde:

$C_{\text{SO}_2}$  = concentração de  $\text{SO}_2$ , em  $\mu\text{g}/\text{m}^3$

P = taxa de permeação do tubo, em  $\mu\text{g}/\text{min}$

$Q_d$  = vazão do ar de diluição, em  $\text{l}/\text{min}$

$Q_i$  = vazão do gás inerte, em  $\text{l}/\text{min}$

*Nota:* Os volumes devem ser expressos nas condições de referência ( $25^\circ\text{C}$ , 101,3 kPa).

c) Amostragem e preparação da curva de calibração

- preparar uma série (geralmente seis) de atmosferas-padrão, com concentrações de SO<sub>2</sub> variando entre 25 e 390 µg/m<sup>3</sup> de SO<sub>2</sub>. Fazer uma amostragem de cada atmosfera, usando a mesma aparelhagem e mantendo as mesmas condições de vazão e tempo de coleta a serem utilizadas na amostragem do ar atmosférico. Utilizando o procedimento descrito em 3.6.3, 3.6.4 e 3.6.5, determinar as absorvâncias. Fazer um gráfico de concentração de SO<sub>2</sub>, em µg/m<sup>3</sup> (eixo das abcissas), versus absorvância (A-A<sub>n</sub>) (eixo das ordenadas). Determinar a reta, usando a análise de regressão linear pelo método dos mínimos quadrados (Anexo). Calcular o inverso da inclinação (B<sub>g</sub>).

### 3.7.3 Eficiência da coleta

A eficiência de coleta de SO<sub>2</sub> do ar atmosférico, nas condições dadas (seções 3.2.1 e 3.2.2), é maior que 98%. Essa eficiência, entretanto, pode diminuir se a concentração for menor que 25 µg/m<sup>3</sup>.

## 4 RESULTADOS

### 4.1 Conversão de volume

Converter o volume de ar amostrado para as condições de referência (25°C, 101,3 kPa), segundo a expressão:

$$V_R = V p \frac{2,94}{T + 273}$$

onde:

V<sub>R</sub> = volume de ar a 25°C e 101,3 kPa, em l

V = volume de ar amostrado, em l

p = pressão barométrica, em kPa

t = temperatura do ar, em °C (em amostragens de 24 h, pode ser usada a temperatura média local)

### 4.2 Concentração de SO<sub>2</sub>

4.2.1 Quando a solução de sulfito for usada na preparação da curva de calibração, calcular a concentração de SO<sub>2</sub> na amostra, da seguinte forma:

$$C_{SO_2} = \frac{(A - A_0) 10^3 (B_s)}{V_R} D$$

onde:

A = absorvância da amostra

A<sub>0</sub> = absorvância do ensaio em branco

$10^3$  = conversão de l para  $m^3$

VR = volume de ar corrigido para 25°C e 101,3 kPa, em l

$B_s$  = fator de calibração, em  $\mu\text{g}$ /unidade de absorvância

D = fator de diluição – para amostragens de 30 min e 1h: D=1  
para amostragens de 24 h: D=10

$C_{\text{SO}_2}$  = concentração de  $\text{SO}_2$ , em  $\mu\text{g}/m^3$

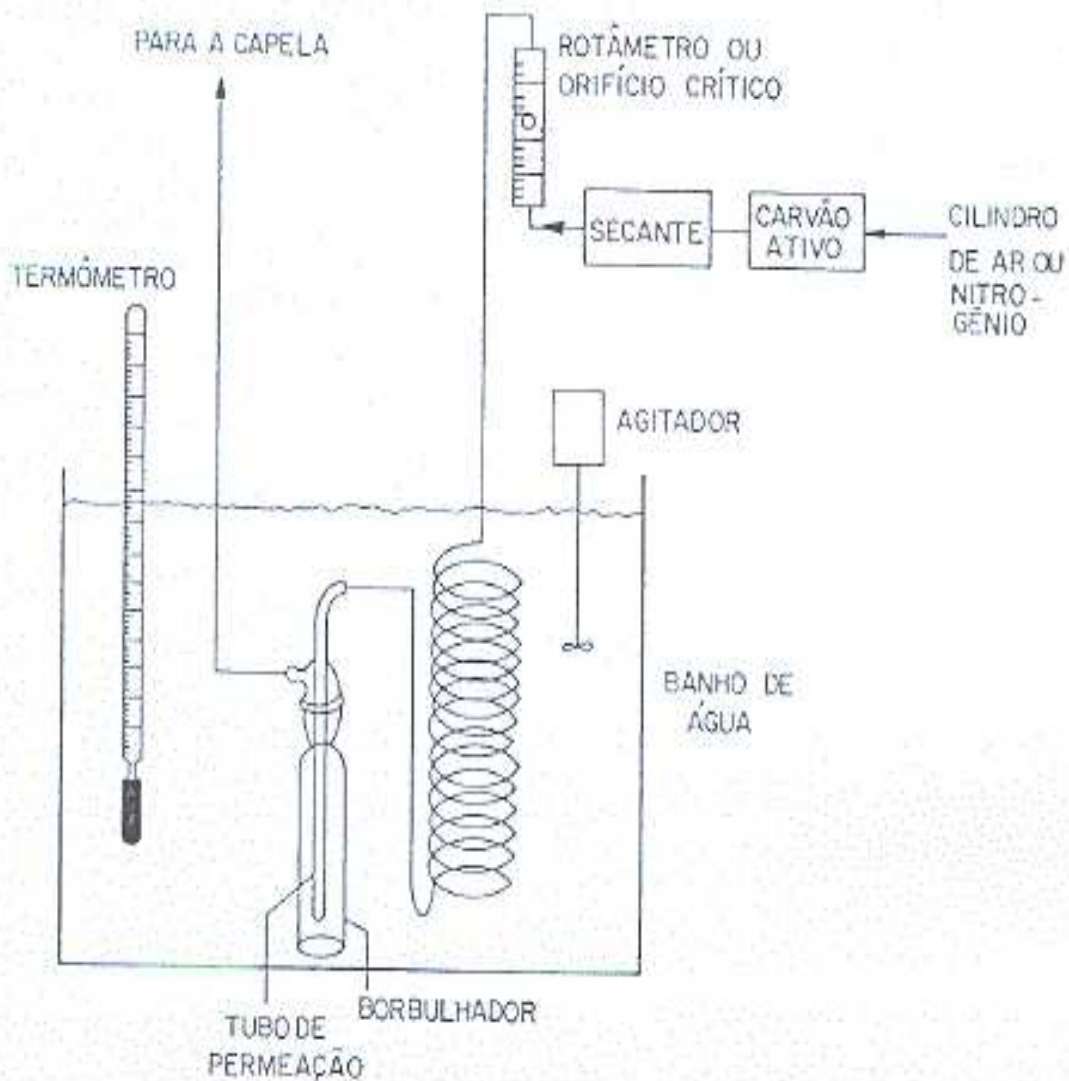


FIGURA 3 – Apareilhagem para calibração do tubo de permeação

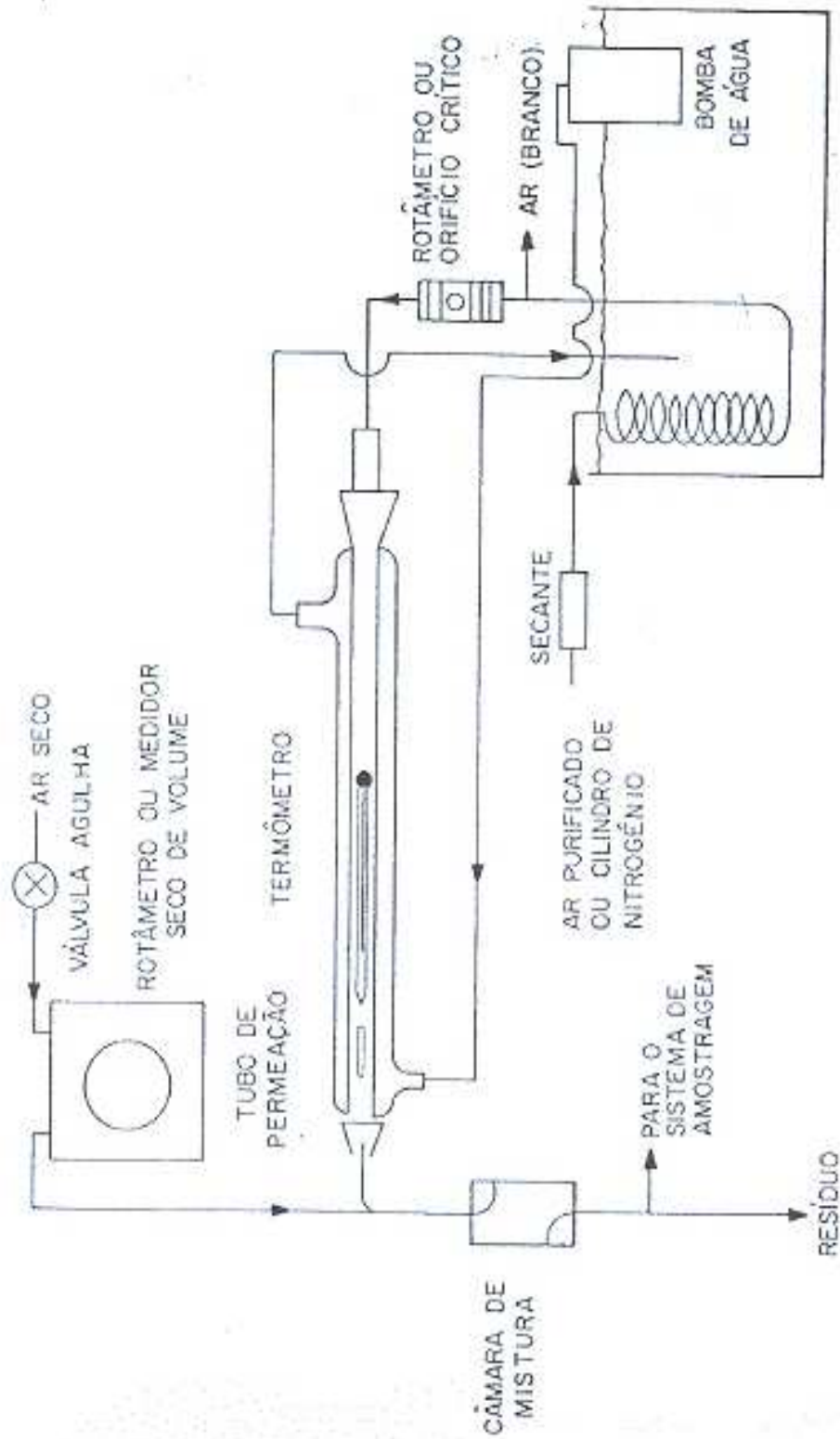


FIGURA 4 — Sistema para produção de atmosfera-padrão, usando tubos de permeação

**4.2.2** Quando atmosferas-padrão de SO<sub>2</sub> forem usadas para preparar a curva de calibração calcular a concentração de SO<sub>2</sub> na amostra da seguinte forma:

$$C_{SO_2} = (A - A_o) B_g$$

onde:

A = absorvância da amostra

A<sub>o</sub> = absorvância do ensaio em branco

B<sub>g</sub> = (µg/m<sup>3</sup>) unidades de absorvância (ver 3.7.2.2.c)

**4.2.3** Conversão de µg/m<sup>3</sup> para ppm

Pode-se expressar a concentração de SO<sub>2</sub> em ppm a partir do valor calculado, nas condições de referência, da seguinte forma:

$$\text{ppm SO}_2 = \frac{\mu\text{g SO}_2/\text{m}^3}{2620}$$

/ANEXO



**ANEXO - ANÁLISE DE REGRESSÃO LINEAR PELO MÉTODO DOS MINIMOS QUADRADOS**

Balão N <sup>o</sup>	SO <sub>2</sub> (µg) X	Absorvância Y	X <sup>2</sup>	x-y
1	_____	_____	_____	_____
2	_____	_____	_____	_____
3	_____	_____	_____	_____
4	_____	_____	_____	_____
5	_____	_____	_____	_____
6	_____	_____	_____	_____
7	_____	_____	_____	_____
	∑ x =	∑ y =	∑ x <sup>2</sup> =	∑ (x.y) =

N = \_\_\_\_\_ (N<sup>o</sup> de pontos)

$$\sum x.y - \frac{(\sum .x) \cdot \sum y}{N}$$

Inclinação = \_\_\_\_\_

$$\sum x^2 - \frac{(\sum .x) \cdot \sum x}{N}$$

Inclinação (=)  $\frac{\text{Unidade de Absorvância}}{\mu\text{g de SO}_2}$

Documentos de patentes referentes ao objeto desta Norma podem ser encontrados no Banco de Patentes do Instituto Nacional de Propriedade Industrial - INPI, sob a Classificação Internacional de Patentes

**Int. CRI<sup>3</sup> . G 01 N 15/06**

e/ou outras classificações a serem indicadas pelo Centro de Documentação e Informação Tecnológica daquele Instituto por solicitação dos interessados.

A Associação Brasileira de Normas Técnicas - ABNT e o Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial - INMETRO não assumem qualquer responsabilidade por direitos de propriedade industrial porventura existentes e em vigor, relativos à matéria normalizada, no todo ou em parte.