

CETESB	DUTOS E CHAMINÉS DE FONTES ESTACIONÁRIAS DETERMINAÇÃO DE DIÓXIDO DE ENXOFRE Método de ensaio	L9.226 MAR/92
--------	--	----------------------

SUMÁRIO	Pág.
1 Objetivo.....	1
2 Documentos complementares.....	1
3 Aparelhagem.....	1
4 Execução do ensaio.....	2
5 Resultados.....	6

1 OBJETIVO

1.1 Esta Norma prescreve o método de determinação de dióxido de enxofre do fluxo gasoso em dutos e chaminés de fontes estacionárias.

1.2 Esta Norma se aplica nos casos em que o fluxo não contém gotículas

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

2 DOCUMENTOS COMPLEMENTARES

Na aplicação desta Norma é necessário consultar:

- L9.222 - Dutos e chaminés de fontes estacionárias-Determinação da velocidade e vazão dos gases.
- L9.224 - Dutos e chaminés de fontes estacionárias-Determinação da umidade dos efluentes.
- E2.162 - Rotâmetro para efluentes gasosos - Calibração.
- E16.030 - Dutos e chaminés de fontes estacionárias - Calibração dos equipamentos utilizados na amostragem de efluentes.

3 APARELHAGEM

Para a execução do ensaio é necessária a aparelhagem descrita a seguir:

3.1 Equipamentos para amostragem

3.1.1 Sonda, de material compatível com a corrosividade e temperatura do meio, provida de sistema de aquecimento que evite a condensação do vapor durante a amostragem e de filtro de lã de vidro para remover o material particulado e névoas ácidas.

3.1.2 Quatro borbulhadores de vidro de 30 mL, ligados em serie, com juntas esféricas de vidro esmerilhado. O primeiro deve ser provido de lã de vidro na sua parte superior e o quarto, na sua saída, de um termômetro com menor divisão de 1°C.

3.1.3 Tubo com sílica-gel, com indicador de umidade, com granulometria de 1,0 a 3,4 mm (aproximadamente 16 a 6 mesh).

3.1.4 Válvula de agulha para controle de fluxo.

3.1.5 Bomba de vácuo.

3.1.6 Rotâmetro para vazões em torno de 1 000 cm³ /min.

3.1.7 Gasômetro seco provido de termômetro com menor divisão de 1°C.

3.1.8 Barômetro com menor divisão de 266,6 Pa (2 mmHg).

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

3.1.10 Cronômetro.

3.1.11 Vacuômetro com fundo de escala de 101 325 Pa (760 mmHg).

3.2 Aparelhagem para preparação e análise da amostra

3.2.1 Duas pissetas de polietileno ou de vidro.

3.2.2 Frascos de polietileno de 500 mL para armazenar as amostras dos borbulhadores.

3.2.3 Pipetas volumétricas de 5 mL, 20 mL e 25 mL.

3.2.4 Balões volumétricos de 100 mL e 1000 mL.

3.2.5 Buretas de 5 e 50 mL.

3.2.6 Erlenmeyers de 250 mL.

3.2.7 Frasco conta-gotas para adicionar o indicador.

3.2.8 Proveta de 100 mL.

4 EXECUÇÃO DO ENSAIO

4.1 Limite de detecção

O limite de detecção para este poluente e de 3,6 mg de SO₂/Nm .

4.2 Interferências

As possíveis interferências para determinação de dióxido de enxofre são a amônia livre, cátions solúveis em água e fluoretos O anion fluoreto ~ removido com filtro de lã de vidro num borbulhador contendo

isopropanol. Quando se tratar de fluxo gasoso com altas concentrações de fumos metálicos deve-se usar um filtro de fibra de vidro com eficiência de pelo menos 99,95% no lugar de lã de vidro, para remover os cátions interferentes. Amônia livre interfere reagindo com o SO₂, formando sulfitos com o indicador.

4.3 Reagentes

4.3.1 Água destilada desionizada.

4.3.2 Isopropanol a 100% e a 80% em volume.

4.3.3 Peróxido de hidrogênio a 3% em massa.

4.3.4 Solução de iodeto de potássio a 10% em massa.

4.3.5 Indicador torina (sal dissódico do ácido 1-(0-arsenofenilazo)-2-naftol-3,6-dissulfônico] a 0,2%.

4.3.6 Solução de perclorato de bário 0,01N.

4.3.7 Ácido sulfúrico 0,01N.

4.3.8 Lã de vidro.

Nota: Todas as soluções devem ser preparadas com reagentes p.a.

4.4 Procedimento

Antes de iniciar a amostragem certificar-se de que a teja calibrada de acordo com E16.030 e E2.162.

4.4.1 Preparação preliminar

4.4.1.1 Verificar se o efluente gasoso está ou não saturado, conforme L9.224. Caso esteja esta Norma não se aplica.

4.4.1.2 Montar o trem de amostragem como mostra a Figura 1.

4.4.1.3 Colocar 15 mL de isopropanol a 80% no primeiro borbulhador e 15 mL de peróxido de hidrogênio no segundo e terceiro borbulhadores. Deixar o quarto vazio.

4.4.1.4 Regular o aquecimento da sonda a uma temperatura suficiente para evitar a condensação de água.

4.4.1.5 Manter os borbulhadores no banho de gelo.

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

- Fechar a entrada da sonda e produzir uma depressão de pelo menos 33330 Pa (250 mmHg). A vazão do vazamento não deve exceder a 2% da vazão de coleta. Abrir cuidadosamente a entrada da sonda e desligar a bomba.

4.4.1.7 Alternativamente pode-se substituir a válvula de agulha por um orifício limitante previamente calibrado. Nesse caso não serão utilizados o gasômetro, o rotâmetro e o regulador de fluxo (ver Figura 2).

4.4.2 Coleta da amostra

4.4.2.1 Anotar a Leitura inicial do gasômetro seco e a pressão barométrica

4.4.2.2 Posicionar a ponta da sonda no ponto de coleta.

4.4.2.3 Conectar a sonda ao borbulhador e ligar a bomba.

4.4.2.4 Ajustar o fluxo da coleta a uma vazão de aproximadamente 2

1 000 cm³/min do rotâmetro. Manter constante esta vazão durante toda a amostragem. O tempo mínimo de coleta deve ser 20 min e o volume total coletado não deve ser inferior a 20 L.

Nota: Caso esteja sendo usado o orifício limitante não há necessidade de ajustar o fluxo.

4.4.2.5 A cada cinco minutos anotar o volume e a temperatura do gás no gasômetro seco, a temperatura do último borbulhador e a depressão indicada pelo vacuômetro.

4.4.2.6 Adicionar gelo durante a coleta para garantir que os gases saiam do último borbulhador com uma temperatura não superior a 20°C.

4.4.2.7 No final da coleta desligar a bomba, retirar a sonda do ponto de amostragem, anotar as leituras finais e efetuar o teste de vazamento como descrito em 4.4.1.6, anotando a taxa de vazamento caso este ocorra. O teste de vazamento deve ser conduzido na depressão máxima registrada durante a amostragem.

4.4.2.8. Se a taxa de vazamento for superior a 2% da vazão de coleta, desprezar a amostragem.

4.4.2.9 Passar ar limpo através do sistema durante 15 minutos a uma vazão de aspiração igual à de coleta.

Nota: Ar limpo pode ser obtido passando-se ar através de um filtro de carvão ativado.

4.4.3 Recuperação da amostra

4.4.3.1 Retirar os borbulhadores do banho de gelo e descartar o conteúdo do primeiro borbulhador.

4.4.3.2 Transferir os conteúdos dos outros borbulhadores para um frasco de polietileno.

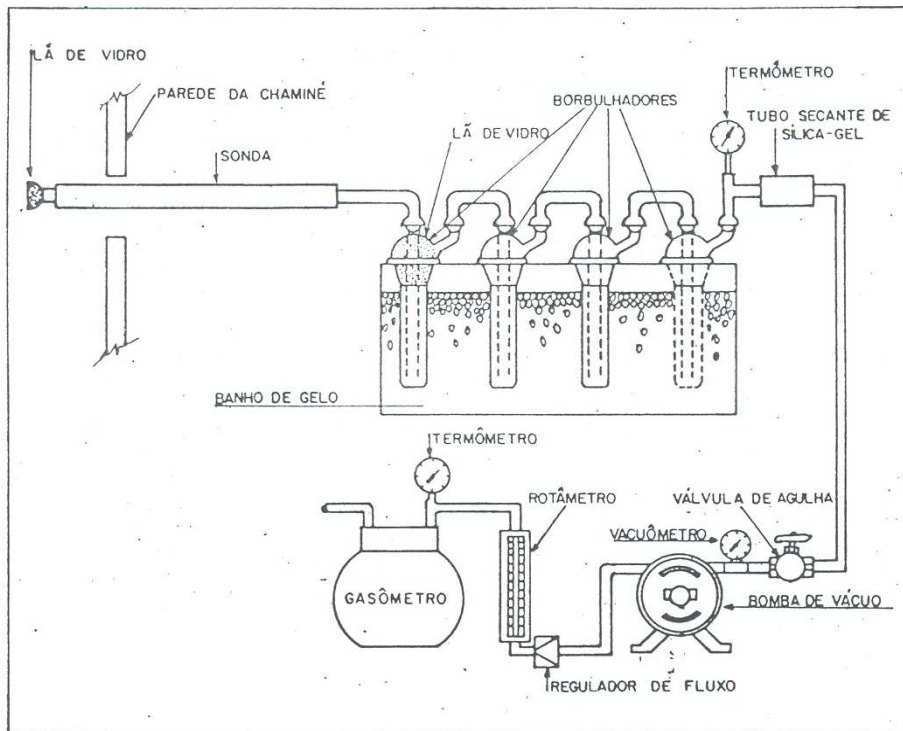


FIGURA 1 - Trem de amostragem para SO_2

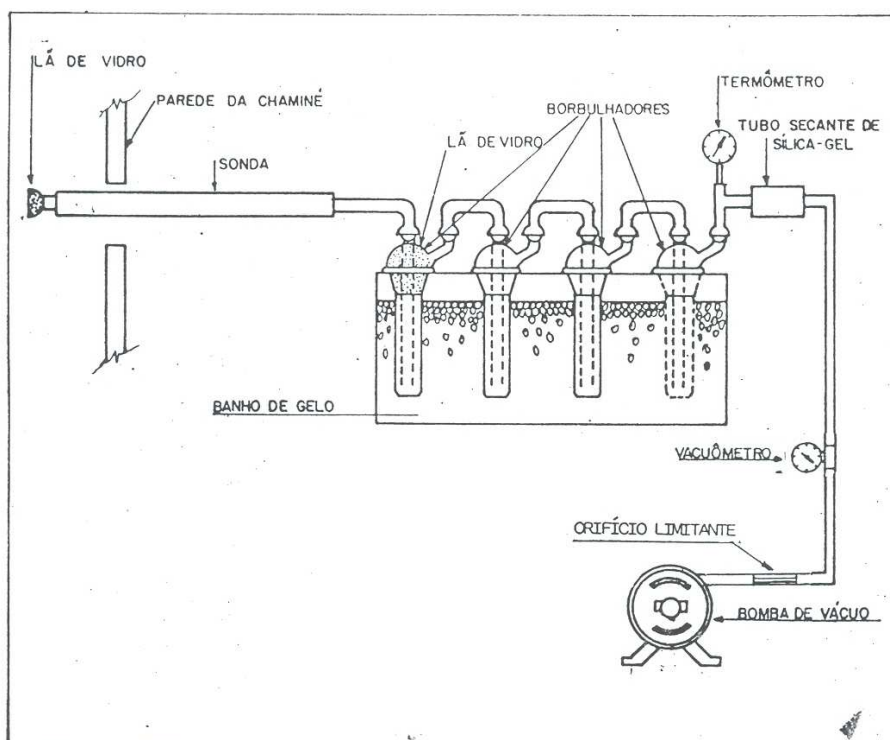


FIGURA 2 - Trem de amostragem alternativo para SO_2

4.4.3.3 Lavar os três borbulhadores com água destilada desionizada e juntar essa água de lavagem ao frasco de polietileno e identificar o frasco.

4.4.4 Análise da amostra

4.4.4.1 Transferir o conteúdo do frasco de polietileno para um balão volumétrico de 100 mL, e diluir com água destilada e desionizada até a marca do balão.

4.4.4.2 Pipetar uma alíquota de 20 mL dessa solução para um erlenmeyer de 250 mL, adicionar 80 mL de isopropanol 100% e 2 a 4 gotas de indicador torina e titular com perclorato de bário 0,01 N até o ponto de viragem (de verde para rosa).

4.4.4.3 Repetir a titulação para uma segunda alíquota.

4.4.4.4 Calcular a média das duas titulações.

Nota: A diferença dos volumes do titulante gasto nas titulações deve ser maior que 1% ou 0,2 mL.

4.4.4.5 Fazer teste em branco para cada serie de análises.

4.4.5 Determinação da vazão

Determinar a vazão dos gases nos dutos da chaminés de acordo L9.222.

4.4.6 Representatividade da amostragem

É necessário que a amostragem para determinação do dióxido de enxofre e da vazão seja representativa das condições de operação da fonte de emissão. Deve-se então efetuar pelo menos duas determinações de SO₂ e de vazão por fonte. A amostragem deve ser considerada representativa se os resultados obtidos em cada coleta não forem discrepantes entre si.

5 RESULTADOS

5.1 Determinação do volume do gás medido nas condições normais, base seca

5.1.1 Quando se utilizar válvula de agulha:

$$V_{gn} = \frac{0,0027 \cdot Y \cdot V_G \cdot P_G}{T_G}$$

ONDE:

V_{gn} = volume do gás medido nas condições normais base seca em Nm³.

Y = fator de correção do medidor, adimensional

V_g = volume do gás seco medido no gasômetro nas condições de ensaio, em m³

P_G = pressão absoluta no gasômetro, em Pa.

T_g = média das temperaturas do gás na entrada do gasômetro, em K.

5.1.2 Quando se utilizar orifício limitante:

$$V_{gn} = \frac{0,0027 Q \theta P_o}{T_b}$$

Onde:

V_{gn} = volume do gás medido em condições normais, base seca, em Nm³.

Q = vazão do orifício limitante em m³/min.

θ = tempo de coleta, em min.

P_o = pressão no orifício, em Pa

T_b = média das temperaturas do último borbulhador, em K.

5.2 Concentração de dióxido de enxofre

$$C_{SO_2} = \frac{32,03N (V_t - V_{tb}) V_{sol}}{V_a V_{gn}}$$

onde:

C_{SO₂} = concentração de dióxido de enxofre nas condições normais, base seca, em mg/Nm³

N = normalidade do perclorato de bário, em equivalente-grama/litro

V_t = volume de perclorato de bário gasto na titulação, em mL

V_{tb} = volume de perclorato de bário gasto na titulação na prova em branco, em mL.

V_{sol} = volume total da solução da qual se tirou uma alíquota, em mL

V_a = volume da alíquota, em mL

V_{gn} = volume do gás medido nas condições normais, bases seca, em Nm³

5.3 Taxa de emissão de dióxido de enxofre

$$Te_{SO_2} = 10^{-6} C_{SO_2} Q_{ns}$$

onde:

Te_{SO₂} = taxa de emissão de dióxido de enxofre, em Kg/h.

C = concentração de dióxido de enxofre as condições normais,
SO₂ base seca, em mg/Nm³ .

Q_{ns} = vazão volumétrica do gás seco, nas condições normais, em
Nm³/h (ver 4.4.5).