

**Determinação do Teor de Sulfeto de
Hidrogênio na Atmosfera
(Método do Azul de Metileno)**

Original contido no manual

**Métodos de Amostragem no Ar e Análise
Dr. James P. Lodge
Lewis Publishers, Inc.
3ª Edição – 1989
Seção 701 – Págs. 486 - 492**

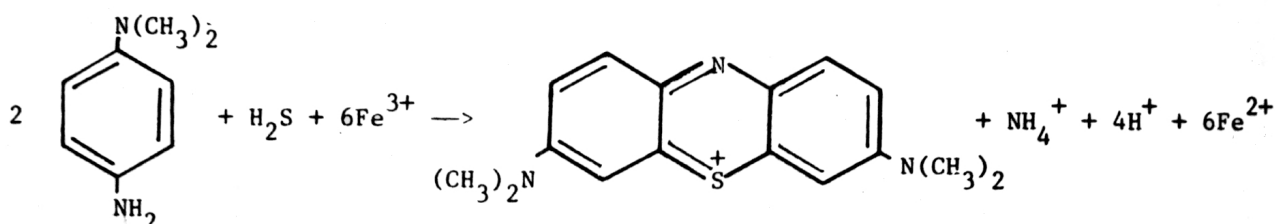
Tradução de José Walderley Coelho Dias

**Rio de Janeiro
12 de Novembro de 2003**

Determinação do Teor de Sulfeto de Hidrogênio na Atmosfera

1. Princípios do Método

- 1.1 O sulfeto de hidrogênio pode estar presente na atmosfera ambiente em concentrações de umas poucas ppb ou menos. O limiar de detecção de odor reportado está na faixa de 0,7 a 8,4 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (0,5 a 6,0 ppb) (1,2). Concentrações acima de 139 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (100 ppb) são raramente encontradas, exceto em casos de acidentes. Concentrações muito altas (da ordem de vários por cento) de H_2S podem estar presentes em gases geotérmicos (3). Por ocasião da preparação deste trabalho, a ACGIH estava recomendando um limite de 14 mg/m^3 (1 ppm) para o H_2S em ambientes de trabalho.
- 1.2 O sulfeto de hidrogênio é coletado aspirando-se um determinado volume de ar através de uma suspensão alcalina de hidróxido de cádmio (4,5). O sulfeto é precipitado como sulfeto de cádmio, evitando a oxidação pelo ar do sulfeto, que ocorre rapidamente numa solução alcalina aquosa. Antes da amostragem, adiciona-se arabinogalactana à borra de hidróxido de cádmio, minimizando-se assim a fotodecomposição do sulfeto de cádmio precipitado (5). O sulfeto coletado é subseqüentemente determinado por medição espectrofotométrica do azul de metileno produzido pela reação do sulfeto com uma solução fortemente ácida de N,N-dimetil-p-fenilendiamina e cloreto férrico (4,7):



A análise deve ser concluída dentro de 24 horas após a coleta da amostra.

2. Faixa e Sensibilidade

- 2.1 Este método tem a finalidade de prover a medição de sulfeto de hidrogênio no ar ambiente na faixa de 2,2 a 200 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (1,6 – 144 ppb). Para concentrações acima de 70 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (50 ppb), o período de amostragem pode ser reduzido ou o volume líquido aumentado, antes ou após a aspiração. Nas amostragens de ar na faixa máxima recomendada de 1,5 L/min por 2 h, a concentração mínima de sulfeto detectável é 1,1 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (0,8 ppb) a 101,3 kPa e 25 °C. Embora um limite de detecção de 0,20 μg de $\text{H}_2\text{S}/\text{m}^3$ (0,14 ppb) possa ser computado para 1 m^3 de amostra de ar baseado no limite aquoso de detecção de 8 ng/mL e um volume de solução de 25 mL, perdas em média de 46 por cento têm sido reportadas para amostragens de 24 h de atmosferas de calibração contendo 25 a 56 μg $\text{H}_2\text{S}/\text{m}^3$ (18-40 ppb) (8).
- 2.2 Este método é também adequado para a medição de H_2S na faixa de mg/m^3 . 100 mililitros do meio hidróxido de cádmio-arabinogalactana em borbulhadores de vidro sinterizado de 250 mL podem ser usados com excelentes resultados para amostragens de 5 min de atmosferas contendo de 7 a 70 mg $\text{H}_2\text{S}/\text{m}^3$ (5-50 ppm). Limites superiores são estabelecidos pela cinética ao invés da estequiometria; a quantidade de íon de cádmio no meio é suficiente para reagir com 6 mg/mL de H_2S .

3. Interferências

- 3.1 A reação do azul de metileno é altamente específica para sulfeto em concentrações baixas, comumente encontradas no ar ambiente. Agentes redutores como o sulfeto, se presentes em concentrações significativas ($\geq 10 \mu\text{g sulfeto/mL}$), retardam o desenvolvimento da cor, mesmo no caso de soluções contendo vários $\mu\text{g sulfeto/mL}$. Entretanto, até $40 \mu\text{g/mL}$ a interferência do sulfeto pode ser contornada pela adição de 0,1-0,3 mL de cloreto férrico em vez de 0,05 mL para o desenvolvimento da cor e pela extensão do tempo de reação para 50 min.
- 3.2 Em níveis $\geq 0,5 \mu\text{g/mL}$, o nitrito produz uma cor amarela pálida com os reagentes. Nenhuma interferência é encontrada quando 0,3 ppm de NO_2 é aspirado através de um "midget impinger" contendo uma borra de hidróxido de cádmio-sulfeto-arabinogalactana de cádmio. Se o H_2S e o NO_2 forem aspirados simultaneamente através da borra de hidróxido de cádmio-arabinogalactana, resultados mais baixos de H_2S podem ser obtidos, provavelmente por causa da oxidação gás-fásica do H_2S pelo NO_2 .
- 3.3 Ozônio a 57 ppb pode reduzir em 15% a recuperação do sulfeto previamente precipitado como CdS. (9).
- 3.4 O sulfeto de cádmio se decompõe significativamente quando exposto à luz. A adição de 1% de arabinogalactana reduz muito tal perda, porém não a elimina completamente (6). Conseqüentemente, o frasco absorvedor requer proteção contra a luz.
- 3.5 Para amostragem de H_2S em concentrações $\geq 7 \text{ mg/m}^3$, o tempo de amostragem deve ser limitado a 5 minutos. Amostragens prolongadas de altas concentrações de H_2S podem resultar na deposição de enxofre na placa porosa do absorvedor devido à oxidação do sulfeto. Sem um dispositivo que mantenha constante a vazão, tal deposição pode causar uma redução gradativa da taxa de amostragem. Caso o enxofre realmente se deposite, a placa porosa deve ser limpada, colocando-a num concentrado fervente de HNO_3 .

4. Precisão e Exatidão

- 4.1 3,5 % é o coeficiente de variação mais comum a uma concentração de $60 \mu\text{g/m}^3$ de H_2S gerado com tubos de permeação (6). Estudos cuidadosos com calibração gravimétrica de um tubo de permeação ou com medição fotométrica por chama paralela mostraram que, mesmo que a calibração seja baseada no sulfeto aquoso, a recuperação do H_2S coletado ($0,125\text{-}1 \text{ mg/m}^3$) em amostras de 30 min é mensurável dentro de erros experimentais (8). Entretanto, deve-se, para calibração à base do sulfeto aquoso, usar vidraria idêntica à utilizada nas análises das amostras (8).
- 4.2 O coeficiente global da variação do método, incluindo ambas a amostragem e a análise, reportado para aplicações de saúde ocupacional, tem sido de 12,1 % (10).
- 4.3 Em baixas concentrações ($0,6\text{-}1,4 \mu\text{g/m}^3$), a eficiência de coleta a vazões de amostragem de 1,7 L/min, é comumente de $95,1 \pm 1,5 \%$ (11). Coletas essencialmente mensuráveis a um nível de concentração de 1 mg/m^3 têm sido reportadas à vazão de 1 L/min (8).
- 4.4 Médias de resultados em 54 % dos valores verdadeiros têm sido observadas em amostragem de 24 horas de atmosferas padrão contendo $25\text{-}56 \mu\text{g H}_2\text{S/m}^3$ (8).

5. Vantagens e Desvantagens

5.1 EFEITO DA LUZ E DA ARMAZENAGEM

- 5.1.1 O sulfeto de hidrogênio é prontamente volatilizado de uma solução aquosa quando o pH está abaixo de 7,0. Soluções alcalinas de sulfeto aquoso são muito instáveis por causa do íon de sulfeto, que se oxida rapidamente quando exposto ao ar.
- 5.1.2 O sulfeto de cádmio não é apreciavelmente oxidado mesmo quando aspirado com oxigênio puro no escuro. Entretanto, a exposição de um borbulhador com sulfeto de cádmio dentro do laboratório ou a fontes de luz mais intensas pode sofrer imediata e variável fotodecomposição. Perdas de 50 a 90 % de sulfeto adicionado têm sido rotineiramente reportados por um número de laboratórios. Mesmo que a adição de arabinogalactana numa solução absorvente controle a fotodecomposição, é necessário proteger o borbulhador contra a luz em todos os momentos. Consegue-se isso usando-se borbulhadores de vidro actínico, ou pintando-se os borbulhadores por fora, ou envolvendo-se os borbulhadores com folha de alumínio.

6. Aparelhagem

- 6.1 ABSORVEDOR. "Midget impinger" com placa sinterizada de porosidade grossa.
- 6.2 BOMBA DE VÁCUO. Dotada de rotâmetro ou gasômetro, tendo capacidade mínima de aspirar 2 L/min de ar através de um "midget impinger".
- 6.3 ESPECTROFOTÔMETRO. Com capacidade para medir a absorção a 670 nm. São aceitáveis colorímetros à base de diodos emissores de luz vermelha, com a emissão central de comprimento de onda a 660 nm. Pode-se melhorar a sensibilidade usando-se uma célula de longa extensão de trajetória.
- 6.4 MEDIÇÃO DE VOLUME DE AR. O totalizador de ar deve ser capaz de medir vazão de ar dentro de ± 2 %. Podem ser utilizados gasômetros secos ou úmidos, rotâmetros especialmente calibrados ou orifícios críticos.

7. Reagentes

- 7.1 PUREZA. Os reagentes devem satisfazer as especificações da American Chemical Society, exceto se mencionado ao contrário. A água deve se conformar aos padrões de água reagente referência ASTM, Tipo II.
- 7.2 As soluções devem ser mantidas refrigeradas quando não estiverem sendo utilizadas.
- 7.3 SOLUÇÃO ESTOQUE AMINO-ÁCIDO SULFÚRICO. Adicione 50 mL de H_2SO_4 concentrado a 30 mL de água e resfrie. Dissolva 12 g de diidrocloreto N,N-dimetil-*p*-fenilenodiamina (diidrocloreto *p*-aminodimetilanilina; se o composto apresentar aparência muito escura, é necessária purificá-lo por destilação à baixa pressão) em solução de ácido sulfúrico.
- 7.4 ÁCIDO SULFÚRICO, 50 %. Adicione, lentamente, 500 mL de H_2SO_4 concentrado a 400 mL de água e deixe resfriar. Transfira quantitativamente a um balão volumétrico de 1 L, até atingir a marca.
- 7.5 SOLUÇÃO AMÍNICA DE TESTE. Dilua 25 mL da solução estoque (Item 7,3 acima) a 1 L com 50 % de H_2SO_4 .

- 7.6 SOLUÇÃO DE CLORETO FÉRRICO, 3,7M. Dissolva 100 g de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ em 30 mL de água e 9 mL de HCl concentrado. O volume da solução deverá ser de aproximadamente 100 mL.
- 7.7 FOSFATO DE AMÔNIA, 40 % m/v. Dissolva 400 g de fosfato de diamônia em água, até atingir 1 L num balão volumétrico
- 7.8 ARABINOGALACTANA. Considera-se adequada a Arabinogalactana Grau I, da Sigma Chemical Company (POB 4509, St. Louis MO), ou o "Surfactant STRactan 10", da Stein-Hall and Co. (385 Madison Ave., New York)
- 7.9 SOLUÇÃO ABSORVEDORA. Dissolva 4,3 g de $\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ e 1,8 g de NaOH em porções separadas de 250 mL de água. Adicione as duas soluções uma na outra, e adicione 10 g de arabinogalactana e dilua a 1 mL. Agite vigorosamente a solução resultante antes de remover uma alíquota. Prepare uma nova solução a cada 3 dias. Versões anteriores deste método prescrevem uma quantidade menor de NaHO na solução absorvedora. Recomenda-se um pH de ~ 10 para se obter os melhores resultados (12,13).

7.10 PADRÕES DE CALIBRAÇÃO

7.10.1 *Calibração na fase gasosa.* São necessárias fontes emissoras de ≤ 100 ng/min para se obter calibrações em níveis realistas. Com uma vazão de 2 L/min, são necessárias taxas de emissão de 4-200 ng/min para se gerar diretamente concentrações de H_2S na faixa de 2-50 μm^3 . Tubos de permeação que emitem H_2S a uma taxa de ≥ 40 ng/min (a 30 °C) estão disponíveis (com taxas de emissão certificadas, se desejado) na VICI/Metronics (2991 Corvin Dr., Santa Clara, CA 95051). O mesmo fornecedor fornece também dispositivos de permeação do tipo "wafer". Estes dispositivos exibem taxas de emissão ainda mais baixas do que os dispositivos tubulares. Entretanto, a magnitude da taxa de permeação torna a calibração gravimétrica comercialmente impraticável. Os dispositivos do tipo "wafer" não são normalmente encontrados já calibrados, devendo, portanto, ser calibrados pelo usuário. As fontes de permeação devem ser armazenadas num frasco de vidro, de boca grande, contendo sílica gel e hidróxido de sódio para reter a umidade e o H_2S emitido. O frasco de armazenagem é imerso, a dois terços de sua altura, num banho de água mantido à temperatura constante, em que a água é controlada à temperatura do uso pretendido, comumente 25,0 °C ou 30,0 °C \pm 0,1 °C.

7.10.2 *Calibração aquosa:*

7.10.2.1 Solução de sulfeto padrão concentrado. Transfira ~ 1 L de 0,1 M NaOH, após fervido e resfriado, para um balão volumétrico de 1 L. Aplique descargas de nitrogênio para remover o oxigênio e ajuste ao volume [Nitrogênio comprimido, comercialmente disponível, contém quantidades em traços de oxigênio em concentrações suficientes para oxidar as pequenas concentrações de sulfeto contidas no padrão e para diluir as soluções de sulfeto padrão. As quantidades em traços de oxigênio devem ser removidas passando-se um fluxo de oxigênio de tanque através de um tubo de pyrex ou quartzo contendo serpentinas de cobre aquecidas a 500 °C a 450 °C ou através de um borbulhador contendo pirogalato alcalino (200 mL de solução de 6 g de pirogalol e 40 g de KOH)]. Imediatamente, tampe o frasco com um septo. Injete 300 mL de gás de H_2S através do septo. Agite o frasco. Retire volumes determinados da solução padrão com uma seringa hipodérmica de 20 mL e encha o vazio resultante com um volume igual de nitrogênio. Padronize com uma solução de iodo padrão e tiosulfato num frasco de iodo sob atmosfera de nitrogênio para minimizar a oxidação pelo ar. A concentração aproximada de solução de sulfeto deverá ser de 420 $\mu\text{S}^*/\text{mL}$ de solução. A concentração exata deve ser determinada pela padronização com iodo-tiosulfato minutos

antes da diluição (veja qualquer texto padrão, por exemplo a Ref. 14, para obter detalhes da padronização iodimétrica).

Para obter resultados mais precisos na determinação iodimétrica do sulfeto em solução aquosa, o seguinte procedimento é recomendado:

- a) Reposição de oxigênio do frasco com um gás inerte tal como dióxido de carbono ou nitrogênio.
- b) Adição de um excesso de iodo padrão, acidificação e titulação com tiosulfato padrão e indicador de amido.

7.10.2.2 Diluição da solução de sulfeto padrão. Dilua 10 mL de solução de sulfeto concentrado (conforme Seção 7.10.2.1) a 1 L com água recentemente fervida e destilada. Protegida numa atmosfera de nitrogênio livre de oxigênio, a água fervida é resfriada. Transfira a água desoxigenada para um frasco previamente purgado com nitrogênio livre de oxigênio e logo em seguida tampe o frasco. Esta solução de sulfeto é instável. Entretanto, prepare esta solução imediatamente antes do uso. Esta solução de teste deverá conter aproximadamente 4 $\mu\text{g S}^*/\text{mL}$.

8. Procedimento

8.1 LIMPEZA DO EQUIPAMENTO. Toda a vidraria deve ser bem lavada. O seguinte procedimento é recomendado:

- 8.1.1 Lave com uma solução de detergente e água da torneira, seguido por enxágües com água da torneira e água destilada.
- 8.1.2 Coloque em ácido nítrico 1:1 ou concentrado, por 30 minutos, seguido de enxágües com água da torneira, água destilada e água reagente.

8.2 COLETA DE AMOSTRAS

- 8.2.1 Pipete 10 mL de solução absorvedora (Seção 7.9) num borbulhador "midget". A adição de 5 mL de etanol 95 por cento à solução absorvedora justamente antes da aspiração tem a função de inibir a formação de espumas por duas horas (induzida pela presença da arabinogalactana) (8). Além disso, pode-se usar um ou dois discos de Teflon como "demisters", arrastando-os por sobre o tubo de entrada de ar do borbulhador, até uma altura de 2,5 cm a partir do topo o tubo (8).
- 8.2.2 A preparação da amostragem é a mesma que a do Método 704A. Conecte o borbulhador (via tubo de absorção) à bomba de vácuo com um pequeno pedaço de mangueira flexível. Deve ser usado um mínimo necessário de mangueira. O ar de amostragem, antes de entrar no borbulhador, não deve passar através de qualquer outra mangueira ou qualquer outro equipamento.
- 8.2.3 Envolve o borbulhador inteiramente com folha de alumínio, ou faça qualquer outro arranjo que impeça sua exposição à luz.
- 8.2.4 Ligue a bomba para iniciar a coleta. Faça leituras da vazão, do tempo de amostragem e/ou do volume, com todo o cuidado e da maneira a mais exata possível. A vazão não deve exceder 1,5 L/min.

- 8.2.5 Após a amostragem, a haste do borbulhador pode ser removida e limpada. Bata a haste suavemente contra a parede interna do frasco do borbulhador a fim de recuperar tanto quanto possível solução de amostragem. Lave a haste com uma quantidade pequena (1-2 mL) de solução absorvedora não usada e adicione a lavagem ao borbulhador. Em seguida, vede o borbulhador com uma rolha dura, não reativa (de preferência Teflon). Não vede com borracha. As rolhas nos borbulhadores devem ficar bem apertadas a fim de impedir vazamento durante o transporte. Se preferível transportar os borbulhadores com as hastes instaladas, as partes externas das hastes devem ser vedadas com Parafilm ou outros tipos de tampa que não sejam de borracha, e as juntas de vidro esmerilhado devem ser seladas (ou melhor, fitadas) a fim de segurarem firmemente o topo.
- 8.2.6 Deve-se tomar cuidado todo o tempo para minimizar vazamento ou perda por evaporação. Ponha as amostras no refrigerador caso não possa realizar as análises no mesmo dia.
- 8.2.7 É recomendável, sempre que possível, entregar as amostras em mãos. Caso contrário, deve-se usar estojos especiais para o transporte dos borbulhadores.
- 8.2.8 Um borbulhador “branco” deve ser manuseado da mesma maneira que as outras amostras (enchimento, vedação e transporte), exceto que nenhum ar deve ser amostrado através deste borbulhador.

8.3 ANÁLISES

- 8.3.1 Adicione, através da entrada de ar, 1,5 mL da solução amínica de teste ao “midget impinger” e agite.
- 8.3.2 Adicione uma gota (50 μ L) de solução de cloreto férrico e agite. (Veja Seção 3.1 caso seja provável que o SO₂ exceda 10 μ g/mL na solução absorvedora.)
- 8.3.3 Transfira a solução para um balão volumétrico de 25 mL. Livre-se da cor decorrente do íon férrico adicionando 1 gota de solução de fosfato de amônia. Caso a cor amarela não seja eliminada pela gota de solução de fosfato de amônia, continue a gotejar até que a solução fique descolorida. Complete ao volume com água destilada e deixe ficar por 30 minutos.
- 8.3.4 Prepare uma solução de referência zero da mesma maneira, usando 10 mL em volume de solução absorvedora, através da qual nenhum ar tenha sido aspirado.
- 8.3.5 Meça a absorbância da cor a 670 nm num espectrofotômetro ajustado para transmissão de 100 por cento contra o zero de referência.

9. Calibração

- 9.1 CALIBRAÇÃO COM SULFETO AQUOSO. É essencial para a calibração aquosa que sejam usados o mesmo tipo de vidraria e volumes de reagentes recomendados na Seção 8.3 para análise das amostras (8).
- 9.1.1 Coloque 10 mL de solução absorvedora em cada um de uma série de borbulhadores “midget” e adicione 0,25, 0,50, 0,75, 1,0 e 2,0 mL do padrão do sulfeto diluído nos borbulhadores individuais. Por agitação, misture os conteúdos de cada borbulhador. Proceda conforme os passos 8.3.1, 8.3.3-8.3.5.

9.2 CALIBRAÇÃO COM H₂S GASOSO. É preferível a calibração com um padrão gasoso porque assim se testa também a própria operação do procedimento de amostragem.

9.2.1 *Geração do H₂S gasoso padrão.* Consulte a Seção 3, Parte 3, para ver a geração de atmosferas gasosas padrão com tubos de permeação.

9.2.2 *Procedimento para a preparação de curvas de simulação.* Pode-se, obviamente, preparar um grande número de curvas selecionando-se diferentes combinações de taxa de amostragem e tempo de amostragem. A seguinte descrição representa um procedimento típico para amostragem de ar ambiente de curta duração.

O sistema é designado para prover uma medida exata do sulfeto de hidrogênio na faixa de 1,4-84 µg/m³ (1-60 ppb). Isso pode ser facilmente modificado para satisfazer necessidades especiais.

A faixa dinâmica do procedimento colorimétrico fixa o volume total da amostragem em 186 L. Então, para obter linearidade entre a absorbância da solução e a concentração do sulfeto de hidrogênio em ppb, selecione um tempo de amostragem constante. Esta fixação do tempo de amostragem é desejável também do ponto de vista prático. Neste caso, selecione um tempo de amostragem de 120 minutos. Assim, para obter uma amostra de ar de 186 L, estabeleça a vazão em 1,55 L/min. A concentração do H₂S padrão no ar é calculada como segue:

$$C = \frac{P_r \times M}{R}$$

onde:

C = Concentração de H₂S, ppb

P_r = Taxa de permeação, ng/min

M = Recíproca da densidade de vapor, 0,719 nL/ng

R = Taxa total de ar diluente/nitrogênio através do sistema de geração, L/min

Dados de uma calibração típica são apresentados na Tabela 701:1.

Tabela 701:1 Dados Típicos de Calibração

Concentração de H ₂ S (ppb)	Quantidade de H ₂ S (µL/186 L)	Absorbância da amostra
1	0,186	0,010
5	0,930	0,056
10	1,86	0,102
20	3,72	0,205
30	5,58	0,307
40	7,44	0,410
50	9,30	0,512
60	11,16	0,615

A plotagem da concentração de sulfeto de hidrogênio em ppb (eixo-x) contra a absorbância da solução final (eixo-y) resultará numa linha reta, cuja recíproca da inclinação é o fator para conversão da absorbância em ppm. Este fator compreende a correção para a eficiência de coleta. Qualquer desvio da linearidade na faixa de concentrações mais baixa indica uma alteração na eficiência de coleta do sistema de amostragem. Tais desvios são melhor detec-

tados pela própria plotagem dos dados; mesmo assim, a inclinação é determinada de maneira mais precisa por regressão linear. Caso a faixa de interesse esteja abaixo da faixa dinâmica do método, o volume total do ar coletado deve ser aumentado para obter suficiente cor dentro da faixa dinâmica do procedimento colorimétrico. Além disso, uma vez estabelecida o fator de calibração em condições simuladas, as condições podem ser modificadas de maneira que a concentração de H₂S seja um múltiplo simples da absorbância da solução colorida.

O restante do procedimento analítico é o mesmo que o descrito para o sulfeto aquoso.

9.3 AMOSTRAGEM DE MAIS LONGA DURAÇÃO. A aplicabilidade do método de amostragem de longa duração (por exemplo, 8h ou 24 h) está sujeita à calibração à vazão e à faixa do período de tempo estabelecidas.

9.4 ARMAZENAMENTO DAS FONTES DE PERMEAÇÃO. As fontes de permeação devem ser armazenadas num frasco de vidro de boca grande contendo sílica gel e hidróxido de sódio sólido para remover umidade e sulfeto de hidrogênio. O frasco de armazenamento é imerso a dois-terços de sua profundidade num banho à temperatura constante no qual a água é controlada à temperatura de uso pretendido, comumente 25,0 °C ou 30,0 °C ± 0,1 °C. A cada duas semanas, as fontes de permeação são removidas e rapidamente pesadas numa semimicrobalança (sensibilidade de ± 10 µg) ou microbalança (sensibilidade de ± 1 µg) e em seguida retornadas para o frasco de armazenagem. A perda de peso é anotada. As fontes estão prontas para uso quando a taxa de perda de peso tornar-se constante (dentro de ± 2 por cento).

10. Cálculos

Determine o volume da amostra, em m³, a partir das leituras do gasômetro ou do rotâmetro e do tempo da amostragem. Converta o volume para as condições padrão (V_p), de 101,4 kPa (760 mm Hg) e 25 °C. Determine a concentração de H₂S na amostra por uma das seguintes equações:

$$ppb = \frac{(A - A_o)0,719B}{V_p}$$

$$\mu g / m^3 = \frac{(A - A_o)B}{V_p}$$

onde:

- A = Absorbância da amostra
- A_o = Branco do reagente
- 0,719 = Volume (µL) de 1 µg H₂S a 25 °C e 760 mm Hg
- B = Fator de calibração, µg/unidade de absorbância
- V_p = Volume da amostra, em m³, corrigido para 25 °C e 760 mm Hg (pela equação pV = nRT)

11. Efeitos da Luz e do Armazenamento

11.1 Após o desenvolvimento da cor, a cor do azul de metileno fica estável por pelo menos 48 horas à temperatura ambiente e no escuro (15). Caso seja adicionado etanol para inibir a formação de espuma, pode ocorrer o decaimento acelerado da cor.

11.2 Vá à Seção 5.1.2 e veja considerações sobre a fotoxidação do sulfeto de cádmio.

12. Referências

1. Adams, D.P., F.A. Young, and R.A. Luhr. 1968. "Evaluation of an Odor Perception Threshold Test Facility", *tappi* 51: 62A-67A.
2. Leonardos, G., D. Kendall and N. Barnard. 1969. "Odor Threshold Determination of 53 Odorant Chemicals". *J. Air Poll. Contr. Assoc.* 19: 91-95.
3. Tsai, F., S. Juprasert and S. Sanyal. 1978. "A Review of the Chemical Composition of Geothermal Effluents", *Proceedings of the Second Workshop on Sampling Geothermal Effluents*, EPA-600/7-78-121.
4. Jacobs, M.B., M.M. Braverman and S. Hochheisser. 1957. "Ultramicro Determination of Sulfides in Air". *Anal. Chem.* 29: 1349-1351.
5. Jacobs, M.B. 1965. "Recommended Standard Method for Continuing Air Monitoring for Hydrogen Sulfide. Ultramicrodetermination of Sulfides in the Air". *J. Air Poll. Contr. Assoc.* 15: 314-315.
6. Bamesberger, W.L. and D.F Adams. 1969. "Improvements to the Collection of Hydrogen Sulfide in Cadmium Hydroxide Suspension". *Environ. Sci. Technol.* 3: 258-261.
7. Mecklenburg, W. and R. Rozenkranzer. 1914. "Colorimetric Determination of Hydrogen Sulfide". *Z. Anorg. Chem.* 86: 143-153.
8. McCurdy, R.A. and S.L. Alsthuler. 1978. "A Review of the Determination of Hydrogen Sulfide in Air by the Cadmium Hydroxide STRactan Colorimetric Method: Current Practices and Modifications", *Proc. of the Second Workshop on Sampling Geothermal Effluents*. EPA 600/7-78-121.
9. Thomas, B.L. and D.F Adams. 1972. Unpublished data.
10. Documentation of NIOSH Validation Tests. Contract No. CDC 99-74-45.
11. Boström, C.E. 1966. "The Absorption of Low Concentrations (pphm) of Hydrogen Sulfide in a Cd(OH)₂-Suspension as Studied by an Isotopic Tracer Method". *Air and Water Pollut. Int. J.*, 10:435-441.
12. Moest, R.R. 1975. "Hydrogen Sulfide Determination by the Methylene Blue Method". *Anal. Chem.* 47: 1204-1205.
13. Marbach, E.P. and D.M. Doty. 1956. "Sulfides Released from Gamma-irradiated Meats as Estimated by Condensation with N,N-dimethyl-p-phenylenediamine". *J. Agr. Food Chem.* 4: 881-884.
14. Kolthoff, I.M. and P.J. Elving. 1961. "Treatise of Analytical Chemistry, Part II. Analytical Chemistry of the Elements". Vol. 7. Interscience, New York.
15. Alsthuler, S.L. and S.G. Sarp. 1973. "Geysers Air Monitoring Program: July 1970-November 1972"; Progress Report. Report No. 7485.4-75. Pacific Gas and Electric Company, Department of Engineering Research, San Ramon, CA.