

<u>SUMÁRIO</u>	Página
1. Objetivo	1
2. Norma complementar.....	1
3. Definições	1
4. Condições Gerais	1
5. Condições Específicas	2
6. Inspeção	3
7. Aceitação e Rejeição	6
ANEXO.....	7

1 Objetivo

Esta Norma fixa as condições exigíveis para Ácido Fluossilícico utilizado no tratamento de água para fins potáveis.

2 Norma complementar

Na aplicação desta Norma poderá ser necessária a consulta à seguinte norma:

AWWA B703

Standard for Fluosilic Acid.

3 Definições

3.1 Ácido Fluossilícico

É um líquido corrosivo de odor pungente (picante). O ácido comercial contém um mínimo de 18%, em massa, de H_2SiF_6 . No mercado, é comumente encontrado com teores bem acima deste mínimo.

4 Condições Gerais

4.1 Aparência

O ácido fluossilícico fornecido sob esta Norma deve ter aparência de um líquido isento de material em suspensão, e que varia de incolor a amarelo "palha".

4.2 Embalagem

4.2.1 O ácido fluossilícico deve ser fornecido em recipientes resistentes ao ataque químico do líquido, bem como ao manuseio, transporte e armazenamento.

4.2.2 O ácido fluossilícico pode ser também fornecido a granel, através de caminhão tanque.

4.3 Identificação

Cada recipiente deve ter em seu corpo os seguintes dizeres:

- a) nome do ácido;
- b) peso líquido ou volume do ácido;
- c) Concentração do ácido;
- d) nome e endereço do fabricante;
- e) cuidados para o manuseio do produto; cuidados para movimentação e armazenamento dos recipientes.

4.4 Transporte

O transporte dos recipientes por rodovia, ferrovia ou outra modalidade deve atender aos regulamentos inerentes aos transportes de cargas de materiais perigosos vigentes no País. O mesmo se aplica para o transporte em carros tanque (material a granel).

5 Condições Específicas

5.1 Impurezas

5.1.2 O ácido fluossilícico não deve conter mais do que 0,020%, em massa, dos "metais pesados" tais como, mercúrio, chumbo, bismuto e cobre, expresso em chumbo (Pb).

Nota: O ácido fluossilícico não deve conter ferro e manganês acima dos seguintes valores máximos:

Fe..... 10 g/kg

Mn..... 10 g/kg

5.2 Composição química

O ácido fluossilícico deve conter, no mínimo, 18%, em massa, de H_2SiF_6 .

6 Inspeção

6.1 Amostragem

6.1.1 Material fornecido em embalagens

O número de embalagens a ser amostrado em um lote deve ser tal que atenda ao critério da tabela a seguir:

Tabela: Amostragem em função do tamanho de lote

Tamanho do lote (nº de embalagens)	Quantidade de embalagens a amostrar
2 a 15	2
16 a 25	3
26 a 90	5
91 a 150	8
151 a 280	13
281 a 500	20

Nota: Para lotes maiores, subdividir em lotes de tamanhos indicados na Tabela.

6.1.1.2 As embalagens a serem amostradas devem ser escolhidas dispersa e aleatoriamente, no lote.

6.1.1.3 Obter de cada embalagem amostrada, um volume de 500 ml.

6.1.1.4 Misturar num único recipiente, limpo e apropriado, todos os volumes individuais de 500 ml obtidos das embalagens amostradas. Deste volume global, retirar um único, de 2.000 ml.

Nota: Devolver o remanescente ao lote.

6.1.1.5 Destes 2.000 ml, assim obtidos, enviar 1.000 ml para o laboratório de ensaios e guardar o outro 1.000 ml para eventuais dúvidas de resultados dos ensaios. Os ensaios a serem realizados são relativos aos requisitos previstos nas condições específicas desta Norma.

6.1.2 Material a granel

6.1.2.1 Obter uma amostra total de 5 litros.

6.1.2.2 Desta, retirar, após homogeneização 2.000 ml.

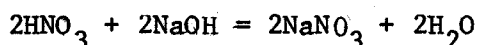
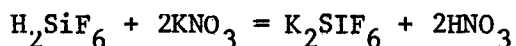
6.1.2.3 Proceder como em 6.1.1.5.

6.2 Ensaio

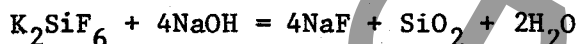
6.2.1 Conteúdo de Ácido Fluossilícico e Acidez livre

6.2.1.1 Princípio:

- a) A determinação do ácido fluossilícico consiste na titulação de hidrogênio ionizável numa solução resfriada da qual os íons fluossilicato tenham se precipitado na forma de fluossilicato de potássio:



- b) A determinação da acidez livre, que inclui qualquer ácido livre além do ácido fluossilícico, consiste na titulação a quente que separa o radical fluossilicato do fluossilicato de potássio.



6.2.1.2 Reagentes:

- gelo;
- solução saturada de nitrato de potássio.
- solução padrão de hidróxido de sódio, aproximadamente 0,5N; e
- azul de bromotimol (solução 0,2%).

6.2.1.3 Procedimento

- pipetar 25 ml da amostra num frasco volumétrico de 500 ml;
- diluir até 500 ml com água destilada e homogeneizar. Se esta diluição sugerida produzir um precipitado, deve ser tentada outra(s) diluição(ões) até não haver precipitado;
- colocar uma "porção" de gelo triturado num bequer de 400 ml, adicionar 25 ml da solução de nitrato de potássio e pipetar uma alíquota de 25ml da solução da amostra, no bequer.
- lavar as paredes do bequer, e agitando constantemente titular imediatamente com a solução padrão de hidróxido de sódio, usando indicador azul de bromitol;
- atinge-se o ponto final quando persistir, por um mínimo de 30 segundos, a cor azul. Em repouso por maior tempo, o indicador volta para amarelo.

f) aquecer a mesma solução utilizada anteriormente, até ebulição e titular com Na(OH) padrão, até o ponto de viragem do azul de bromotimol. Esta operação permite a determinação da acidez livre.

6.2.1.4 Cálculos:

a) volume da amostra = $25 \times \frac{25}{500} = 1,25 \text{ ml}$;

b) massa (g) da amostra = $1,25 \times \text{densidade (à temperatura ambiente, através uso de densímetro)}$;

c) Porcentagem de $\text{H}_2\text{SiF}_6 = \frac{\text{ml Na OH} \times \text{Normalidade} \times 0,072 \times 100}{\text{massa (g) da amostra}}$

Nota 1: A massa da amostra pode também ser determinada diretamente pesando-se cerca de 1,5 g da mesma. Neste caso, após pesagem, diluir com 25 ml de água destilada, colocar uma porção de gelo, adicionar 25 ml de solução de nitrato de potássio e continuar com os procedimentos dos itens d, e e f acima. Para calcular a porcentagem de H_2SiF_6 emprega-se diretamente a fórmula do item 6.2.2.4 (c).

Nota 2: Se o ácido fluossilícico for 100% puro, o volume de NaOH usado na titulação a frio iguala exatamente a metade do volume de NaOH utilizado na titulação a quente. Se houver outro ácido, além de ácido fluossilícico, o volume de NaOH utilizado na titulação a frio excederá a metade do volume da titulação a quente. Se houver sais de fluossilicato, metade do volume de NaOH da titulação a quente excederá o volume de NaOH da titulação a frio.

- Cálculos:

a) Porcentagem de ácido livre com exceção de ácido fluossilícico, expressa em HF:

$$= \frac{[\text{mlNaOH}(\text{tit.fria}) - \frac{\text{mlNa}(\text{OH})}{2} (\text{tit.quente})] \times \text{Normalidade} \times 0,02 \times 100}{\text{massa (g) da amostra}}$$

b) Porcentagem de H_2SiF_6

$$= \frac{\frac{\text{ml}(\text{NaOH})}{2} (\text{tit.quente}) \times \text{Normalidade} \times 0,072 \times 100}{\text{massa (g) da amostra}}$$

6.2.2 Conteúdo de metais pesados

6.2.2.1 Reagentes:

- a) solução de hidróxido de amônio, 10%;
- b) ácido clorídrico, 0,1N;
- c) solução saturada de sulfeto de hidrogênio; e
- d) nitrato de chumbo, P.A.

6.2.2.2 Procedimento:

- a) diluir 4 g da amostra, com água destilada até 40 ml. Se esta diluição causar um precipitado, preparar outra solução com diferente diluição, para evitar qualquer precipitado;
- b) num bequer de 250 ml neutralizar 20 ml desta solução até pH= 7, com hidróxido de amônio 10%;
- c) adicionar 1 ml de ácido clorídrico e 10 ml de uma solução recém preparada de sulfeto de hidrogênio com água destilada.

6.2.2.3 Resultados

A cor marron produzida não deve exceder aquela exibida por 0,40 mg de chumbo no mesmo volume de água destilada contendo as mesmas quantidades de reagentes utilizados no ensaio; 0,40 mg de chumbo indicados pelo ensaio equivalem à 0,020% de metais pesados expressos como (Pb).

Nota: Poderão ser utilizados métodos de ensaios alternativos aos citados em 6.2, desde que de comum acordo entre comprador e fornecedor do ácido fluossilícico objeto desta Norma.

7 Aceitação e Rejeição

7.1 Se o material objeto desta Norma não atender aos requisitos previstos nos capítulos 4 e 5, o mesmo será rejeitado.

7.2 A aceitação definitiva do lote será caracterizada após o conhecimento dos resultados dos ensaios de laboratório.

7.3 Em caso de discordância entre comprador e fornecedor, com relação aos resultados dos ensaios de laboratório, devem ser efetuados novos ensaios com a amostra reservada para tal, num laboratório de comum acordo entre ambos; os resultados daí obtidos serão os prevalecentes.

ANEXO - CONSIDERAÇÕES TOXICOLÓGICAS

1 O "Committee on Water Treatment Chemicals", sob o patrocínio da "Environmental Protection Agency" (EPA), em seu projeto preliminar nº NAS/CWTC 015-82, indica:

1.1 Uma "recomendação para o conteúdo máximo de impurezas" (RMIC) para os elementos arsênio e chumbo, baseada numa dosagem máxima de 1,4 mg Fluor/litro de água a tratar.

Impureza RMIC mg/kg de ácido fluossilícico

As	850
Pb	850

1.2 Ensaio da solução de ácido fluossilícico de acordo com "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 15 th Edition, Am. Public Health Association, Washington, D. C (1980).

As section 303 E

Pb section 303 B

Nota: Até o presente, não existe Legislação ou Norma Brasileira a respeito dos aspectos toxicológicos do produto objeto desta Norma. Em vista disso, as considerações toxicológicas acima, são citadas como recomendação.