

NORMA
BRASILEIRA

ABNT NBR
15784

Segunda edição
24.02.2014

Válida a partir de
24.03.2014

**Produtos químicos utilizados no tratamento de água para
consumo humano — Efeitos à saúde — Requisitos**

Drinking water treatment chemicals — Health effects — Requirements

ICS 71.100.80

ISBN 978-85-07-04840-4



ASSOCIAÇÃO
BRASILEIRA
DE NORMAS
TÉCNICAS

Número de referência
ABNT NBR 15784:2014
33 páginas

© ABNT 2014

© ABNT 2014

Todos os direitos reservados. A menos que especificado de outro modo, nenhuma parte desta publicação pode ser reproduzida ou utilizada por qualquer meio, eletrônico ou mecânico, incluindo fotocópia e microfilme, sem permissão por escrito da ABNT.

ABNT

Av. Treze de Maio, 13 - 28º andar

20031-901 - Rio de Janeiro - RJ

Tel.: + 55 21 3974-2300

Fax: + 55 21 3974-2346

abnt@abnt.org.br

www.abnt.org.br

Sumário

Página

Prefácio	iv
Introdução	v
1 Escopo	1
2 Referências normativas	1
3 Termos e definições	1
4 Informações e características do produto	2
5 Requisitos gerais	3
6 Padronização	5
7 Seleção do método de preparação da amostra	5
8 Amostragem	12
8.1 Geral	12
8.2 Amostras líquidas	12
8.3 Amostras sólidas	13
8.4 Amostras gasosas	13
9 Preparação das amostras	13
9.1 Água reagente	13
9.2 Método A	14
9.3 Método B	14
9.3.2 Calcular a massa da amostra de acordo com a Equação (1), conforme 9.2.2.	15
9.4 Método C	15
9.5 Método D	15
9.6 Método E	16
9.7 Método F	17
9.7.1 Coagulantes líquidos	17
9.7.2 Coagulantes sólidos	19
9.7.3 Análise do produto	19
9.8 Método G	20
9.8.1 Determinação da umidade da amostra de carvão	20
9.8.2 Preparo da amostra de carvão	21
10 Métodos de ensaio	21
10.1 Considerações gerais	21
10.2 Inorgânicos	22
10.3 Orgânicos	22
10.3.1 Geral	22
10.3.2 Copolímero de epícloridrina/dimetilamina (EPI-DMA)	22
10.3.3 Monômero de acrilamida em poliacrilamida	24
10.3.4 Monômero de cloreto de dimetil-dialil-amônio em poliDADMAC	24
10.3.5 Dimetilamina em poliDADMAC e polímeros de epícloridrina/dimetilamina	26
10.4 Radionuclídeos	29
Bibliografia	33

Anexo

Anexo A (normativo) Concentração de impureza permissível por produto (CIPP).....30

Figuras

Figura 1 – Visão geral da avaliação do produto4
**Figura 2 – Frasco lavador de gases com tampa de junta esmerilhada e difusor de bolhas
de vidro sinterizado 16**

Tabelas

Tabela 1 – Produtos utilizados para coagulação e floculação6
**Tabela 2 – Produtos destinados a ajuste de pH e precipitação, controle de corrosão e
incrustação, abrandamento e sequestro de íons9**
Tabela 3 – Produtos destinados a desinfecção e oxidação 10
Tabela 4 – Produtos específicos 11
Tabela 5 – Guia de uso do agente neutralizante..... 12
Tabela 6 – Preservação das soluções de amostras preparadas..... 14
Tabela A.1 – Parâmetros de potabilidade 30

Prefácio

A Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) é o Foro Nacional de Normalização. As Normas Brasileiras, cujo conteúdo é de responsabilidade dos Comitês Brasileiros (ABNT/CB), dos Organismos de Normalização Setorial (ABNT/ONS) e das Comissões de Estudo Especiais (ABNT/CEE), são elaboradas por Comissões de Estudo (CE), formadas por representantes dos setores envolvidos, delas fazendo parte: produtores, consumidores e neutros (universidades, laboratórios e outros).

Os Documentos Técnicos ABNT são elaborados conforme as regras da Diretiva ABNT, Parte 2.

A Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) chama atenção para a possibilidade de que alguns dos elementos deste documento podem ser objeto de direito de patente. A ABNT não deve ser considerada responsável pela identificação de quaisquer direitos de patentes.

A ABNT NBR 15784 foi elaborada no Comitê Brasileiro de Química (ABNT/CB-10), pela Comissão de Estudo de Produtos Químicos para Saneamento Básico, Água e Esgoto (CE-10:105.07). O seu 1º Projeto circulou em Consulta Nacional conforme Edital nº 12, de 19.12.2012 a 18.02.2013, com o número de 1º Projeto ABNT NBR 15784. O seu 2º Projeto circulou em Consulta Nacional conforme Edital nº 10, de 17.10.2013 a 16.11.2013, com o número de 2º Projeto ABNT NBR 15784.

Esta segunda edição cancela e substitui a edição anterior (ABNT NBR 15784:2009), a qual foi tecnicamente revisada.

O Escopo desta Norma Brasileira em inglês é o seguinte:

Scope

This Standard establishes the requirements for chemicals used in drinking water from water treatment systems and the limits of impurities, considering the maximum dosage use indicated by the supplier of the product, in order to prevent human health harm.

This Standard applies to products, combinations and mixtures used in water treatment: coagulation, flocculation, pH adjustment, precipitation, corrosion and scale control, softening and ion sequestration, disinfection and oxidation, and specific products, such as those used for algae control, fluoridation, defluorination, dechlorination, adsorption and removal of color, taste and odor.

This Standard does not apply to products resulting from the reaction of one constituent chemical treatment with water, and the materials employed in the production and distribution systems that come in contact with such water.

Introdução

Os produtos químicos utilizados para o tratamento de água nos sistemas ou soluções alternativas coletivas de abastecimento de água para consumo humano podem introduzir à água características indesejáveis e/ou prejudiciais à saúde humana, dependendo de sua procedência ou composição.

Os requisitos de saúde para controle de qualidade dos produtos químicos utilizados em tratamento de água para consumo humano estabelecidos nesta Norma visam o atendimento às exigências contidas na alínea b) inciso III, artigo 13º da Portaria 2914, de 12 de dezembro de 2011, do Ministério da Saúde.

Esta Norma não avalia a eficiência e desempenho dos produtos químicos e os requisitos relativos ao odor e sabor dos produtos adicionados no tratamento de água para consumo humano. Os requisitos estabelecidos para averiguação de desempenho e eficiência dos produtos estão contidos nas respectivas Normas Brasileiras de especificação técnicas destes produtos.

Produtos químicos utilizados no tratamento de água para consumo humano — Efeitos à saúde — Requisitos

1 Escopo

Esta Norma estabelece os requisitos para o controle de qualidade dos produtos químicos utilizados em sistemas de tratamento de água para consumo humano e os limites das impurezas nas dosagens máximas de uso indicadas pelo fornecedor do produto, de forma a não causar prejuízo à saúde humana.

Esta Norma se aplica aos produtos, combinações e misturas utilizadas em tratamento de água para: coagulação, floculação, ajuste de pH, precipitação, controle de corrosão e incrustação, abrandamento e sequestro de íons, desinfecção e oxidação, e produtos específicos, como os utilizados para controle de algas, fluoretação, defluoretação, decoloração, adsorção e remoção de cor, sabor e odor.

Esta Norma não se aplica aos subprodutos resultantes da reação do tratamento químico com algum constituinte da água, bem como aos materiais empregados na produção e distribuição que tenham contato com essa água.

2 Referências normativas

Os documentos relacionados a seguir são indispensáveis à aplicação deste documento. Para referências datadas, aplicam-se somente as edições citadas. Para referências não datadas, aplicam-se as edições mais recentes do referido documento (incluindo emendas).

ASTM E806, *Standard test method for carbon tetrachloride and chloroform in liquid chlorine by direct injection (gas chromatographic procedure)*

NSF/ANSI 60, *Drinking water treatment chemicals – Health effects*

3 Termos e definições

Para os efeitos deste documento, aplicam-se os seguintes termos e definições.

3.1

analito

composto de interesse analítico de uma amostra

3.2

concentração de impureza detectada

CID

concentração de uma determinada impureza detectada na análise laboratorial

3.3

concentração de impureza padronizada na água

CIPA

concentração de impureza na água para consumo humano, cuja padronização é realizada por meio de equação que utiliza como dados a concentração da impureza detectada na análise laboratorial (CID), a concentração da solução preparada pelo laboratório e a dosagem máxima de uso do produto químico (DMU), proposta pelo fornecedor

3.4

**concentração de impureza permissível por produto
CIPP**

concentração máxima permitida de uma determinada impureza, resultante da adição de um único produto à água para consumo humano

3.5

**dosagem máxima de uso
DMU**

dosagem máxima de um produto químico adicionado à água para consumo humano conforme indicado pelo fornecedor

3.6

fornecedor

empresa, companhia ou indivíduo que produz, manipula, embala, reembala, etiqueta ou comercializa produtos químicos

3.7

impureza

qualquer substância presente em um produto químico que, acima dos limites estabelecidos nesta Norma, possa causar danos à saúde

3.8

padronização

procedimento utilizado para ajustar a concentração de impurezas detectadas na solução de análise preparada em laboratório

3.9

sistema de abastecimento de água para consumo humano

instalação composta por um conjunto de obras civis, materiais e equipamentos, desde a zona de captação até as ligações prediais, destinada à produção e ao fornecimento coletivo de água potável, por meio de rede de distribuição

3.10

solução alternativa coletiva de abastecimento de água para consumo humano

modalidade de abastecimento coletivo destinada a fornecer água potável, com captação subterrânea ou superficial, com ou sem canalização, e sem rede de distribuição

3.11

valor máximo permitido

VMP

concentração máxima permitida de uma determinada impureza na água para consumo humano

4 Informações e características do produto

O fornecedor do produto deve controlar e manter registros rastreáveis no mínimo das seguintes informações:

- a) dosagem máxima de uso (DMU) do produto;
- b) nome comercial e número CAS (*Chemical Abstracts Service*) do produto;
- c) composição da formulação (em porcentual ou partes por peso para cada componente químico da fórmula);

- d) reação química usada para fabricar o produto, quando aplicável;
- e) alterações na formulação;
- f) relação das matérias-primas com os respectivos fornecedores e graus de pureza de cada componente químico presente na fórmula;
- g) alterações de fornecedores de matéria-prima;
- h) lista de impurezas, constantes nas Tabelas 1 a 4, de acordo com o produto em análise, além daquelas passíveis de estarem presentes no produto, discriminando o percentual máximo ou partes por peso de cada uma dessas impurezas;
- i) descrição dos processos de fabricação, manipulação e embalagem do produto;
- j) alterações no processo produtivo;
- k) identificação molecular (espectros ultravioleta visíveis, infravermelho, ressonância magnética e outros) para alguns produtos ou para seus principais componentes, quando requerido;
- l) estudos toxicológicos existentes para o produto e para as impurezas presentes no produto, publicados ou não.

5 Requisitos gerais

5.1 Um produto não pode introduzir na água nenhuma impureza que exceda a CIPP, de acordo com o Anexo A, quando utilizado até a dosagem máxima de uso (DMU) recomendada.

5.2 Em qualquer sistema de tratamento e distribuição de água potável, vários produtos podem ser adicionados ou podem entrar em contato com a água tratada antes de sua ingestão. A CIPP destina-se a assegurar que a contribuição total de uma única impureza de todas as fontes potenciais no sistema de tratamento e distribuição de água potável esteja dentro dos limites de concentração aceitáveis, conforme Anexo A. Na ausência de informações específicas quanto ao número de fontes potenciais de impurezas, deve ser adotado um fator de segurança (FS) igual a 10, admitindo-se um limite de 10 % do VMP como contribuição de uma determinada impureza contida em cada produto.

NOTA O fator de segurança utilizado nesta Norma está de acordo com o critério da *US National Research Council* da NSF/ANSI 60.

5.3 A concentração de impurezas para cada produto individual (CIPA) não pode ser superior aos limites estabelecidos no Anexo A (CIPP).

5.4 Para mistura de produtos cujos componentes tenham atendido aos requisitos estabelecidos em 5.1 como produtos individuais, a concentração de impurezas provenientes de cada componente da mistura não pode ser superior aos limites estabelecidos no Anexo A.

5.5 Para mistura de produtos cujos componentes não tenham atendido aos requisitos estabelecidos em 4.1, a concentração das impurezas da mistura não pode exceder os limites estabelecidos no Anexo A. Para mistura, deve-se considerar a possibilidade de a concentração das impurezas nos produtos individuais vir a ser alterada pelo seu uso em mistura.

5.6 Para mistura de produtos, o método de preparação da amostra deve ser selecionado de acordo com os métodos de cada produto da mistura. Por exemplo, uma mistura de ácido fosfórico e outra espécie diferente de fosfato é preparada utilizando o método D (ver 9.5) para análise das impurezas do ácido fosfórico, enquanto que o método B (ver 9.3) é usado para a análise das impurezas contidas na espécie de fosfato. Alíquotas separadas são usadas para a análise de cada componente da mistura.

5.7 Para produtos gerados no local de aplicação, a exemplo do dióxido de cloro e das cloraminas, a concentração de impurezas provenientes de cada componente dos produtos químicos utilizados para a sua geração não pode ser superior aos limites estabelecidos no Anexo A.

5.8 Um plano de estudo em BPL deve ser preparado para cada produto, por unidade de produção, devendo conter os analitos químicos específicos relacionados nas Tabelas 1 a 4, bem como qualquer outro analito dependente da formulação do produto, do processo de fabricação e das matérias-primas empregadas. Ao elaborar o plano de estudo, o laboratório deve considerar todas as informações prestadas pelo fornecedor, conforme Seção 4, em especial as alíneas a) e h) para definição de analitos adicionais que devem ser ensaiados. O laboratório também deve verificar a compatibilidade do método de preparação da amostra com o método de análise do analito desejado (ver 9.2 a 9.8). O Estudo deve ser repetido no mínimo a cada dois anos. Novo estudo deve ser realizado sempre que houver alteração na matéria-prima, na formulação do produto, ou no processo produtivo, que altere a composição final do produto.

5.9 O fornecedor deve informar a DMU de cada produto, por unidade de produção. A Figura 1 apresenta uma visão geral do processo de avaliação de um determinado produto. Em função dos resultados obtidos na avaliação, conforme Figura 1, o produto pode ou não ser aprovado para aquela dosagem máxima sugerida pelo fornecedor. A CIPA de cada impureza não pode ser superior aos limites da CIPP, conforme Anexo A.

5.10 Produtos químicos não contemplados nesta Norma devem ser submetidos aos critérios de avaliação de risco adotados no Anexo A da NSF ANSI 60 para aprovação do seu uso.

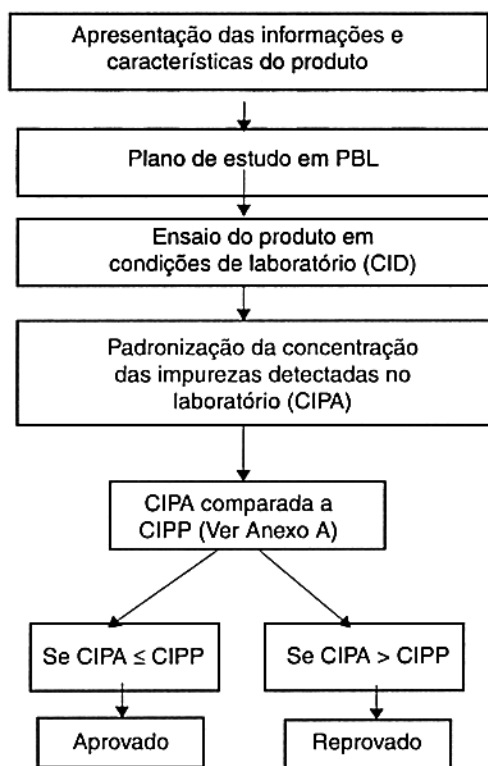


Figura 1 – Visão geral da avaliação do produto

6 Padronização

A concentração das impurezas detectadas na solução de análise deve ser ajustada para refletir a concentração destas na água para consumo humano, de acordo com as seguintes equações:

- a) produtos utilizados em: coagulação e floculação (exceto polímeros), ajuste de pH, precipitação, controle de corrosão e incrustação, abrandamento e sequestro de íons, desinfecção, oxidação e produtos específicos, como os utilizados para controle de algas, fluoretação, defluoretação, decoloração, remoção de cor, gosto e odor:

$$CIPA = \frac{CID \times DMU}{Csol}$$

onde

CID é a concentração da impureza detectada na análise laboratorial, expressa em miligramas por litro (mg/L);

Csol é a concentração da solução preparada pelo laboratório, expressa em miligramas por litro (mg/L);

DMU é a dosagem máxima de uso do produto proposta pelo fornecedor, expressa em miligramas por litro (mg/L);

CIPA é a concentração da impureza padronizada na água para consumo humano, cujo resultado deve ser comparado com a CIPP do Anexo A, expressa em miligramas por litro (mg/L);

- b) polímeros utilizados em coagulação e floculação:

$$CIPA = \frac{CID \times DMU}{1000\ 000}$$

onde

CIPA é o valor numérico da concentração da impureza padronizada na água para consumo humano, cujo resultado deve ser comparado com a CIPP do Anexo A, expresso em miligramas por litro (mg/L);

CID é o valor numérico da concentração da impureza detectada na análise laboratorial, expresso em microgramas por grama (µg/g);

DMU é o valor numérico da dosagem máxima de uso do produto proposta pelo fornecedor, expresso em miligramas por litro (mg/L).

7 Seleção do método de preparação da amostra

A amostra a ser ensaiada deve ser preparada de acordo com o método apropriado, indicado nas Tabelas 1 a 4, de acordo com o produto, exceto quando comprometer a determinação do analito a ser considerado.

NOTA 1 As Tabelas 1 a 4 não representam uma listagem completa de todos os produtos utilizados no tratamento de água para consumo humano. A inclusão de um determinado produto nestas tabelas não indica o endosso de seu uso ou sua aceitação dentro dos requisitos estabelecidos nesta Norma. Devem ser observadas as recomendações do *Guidelines for Drinking Water Quality* da OMS para a utilização do produto químico.

NOTA 2 Nos produtos coagulantes de sais metálicos, os elementos ativos, como ferro e alumínio, não são considerados impurezas. No caso específico do sulfato de alumínio ferroso, o ferro também não é considerado impureza.

NOTA 3 O bromato é uma impureza conhecida, resultante do processo de produção dos hipocloritos. Considerando os riscos potenciais de desenvolvimento de câncer associados à exposição humana ao bromato, é recomendável que a produção ou introdução de bromato na água para consumo humano seja limitada. As duas principais fontes de bromatos na água para consumo humano são a ozonização de águas contendo brometo e o uso de produtos contendo bromato, como hipocloritos de sódio e de cálcio.

Tabela 1 – Produtos utilizados para coagulação e floculação

Produto	Nome usual	Descrição/ uso principal	Fórmula e/ou número CAS	Massa molecular aproximada	Método de preparação	Análises específicas ^a
Amido aniônico	Amido; base hidrolisado	Coagulante	[68412-33-9]	–	^e	Metais ^b <i>scan</i> básico/neutro/ ácido ^c
Bentonita/ Montmorilonita	Argilas	Floculante	RO.33(Al,Mg)2 Si ₄ O ₁₀ (OH) ₂ ·nH ₂ O (R = Na,K,Mg ou Ca) [1302-78-9]	–	Método F (ver 9.7)	Metais ^b , radionuclídeos, <i>scan</i> básico/neutro/ ácido ^c
Cloreto de alumínio	Tricloreto de alumínio	Sal metálico coagulante	AlCl ₃ [41630-01-7] [7446-70-0]	133,34	Método F (ver 9.7)	Metais ^b , <i>scan</i> básico/ neutro
Cloreto férrico	Cloreto de ferro (III)	Sal metálico coagulante	FeCl ₃ ·nH ₂ O [7705-08-0]	162,22 (n = 0) 270,30 (n = 6)	Método F (ver 9.7)	Metais ^b , VOC ^g , <i>scan</i> básico/neutro/ ácido ^c
Cloreto ferroso	Cloreto de ferro (II)	Sal metálico coagulante	FeCl ₂ [7758-94-3]	126,75	Método F (ver 9.7)	Metais ^b , VOC ^g , <i>scan</i> básico/neutro/ ácido ^c
Cloreto de polialumínio	PAC, hidroxicloreto de alumínio	Sal metálico coagulante	Aln(OH)mCl(3n-m) [12042-91-0]	248,2 (n = 0) Variável	Método F (ver 9.7)	Metais ^b VOC ^g , <i>scan</i> básico/neutro/ ácido ^c
Clorossulfato de polialumínio	PACS	Sal metálico coagulante	–	Variável	Método F (ver 9.7)	Metais ^b , VOC ^g , <i>scan</i> básico/neutro/ ácido ^c
Clorossulfato férrico	–	Sal metálico coagulante	FeClSO ₄	187,5	Método F (ver 9.7)	Metais ^b , clorito, clorato <i>scan</i> básico/neutro/ ácido ^c

Tabela 1 (continuação)

Produto	Nome usual	Descrição/ uso principal	Fórmula e/ou número CAS	Massa molecular aproximada	Método de preparação	Análises específicas ^a
Poliacrilamida aniônica (emulsão) ^d	–	Floculante	[31212-13-2]	4-30 milhões	e	Acrilamida, ácido acrílico, acrilonitrila, 3-hidroxiopropano de nitrila, isobutano de nitrila
Poliacrilamida aniônica (granular) ^d	–	Floculante	[31212-13-2]	4-30 milhões	e	Acrilamida, ácido acrílico, acrilonitrila, 3-hidroxiopropano de nitrila, isobutano de nitrila
Poliacrilamida catiônica (emulsão) ^d	Acrilamida, polímero catiônico em emulsão	Floculante	[9003-05-8]	4-20 milhões	e	Acrilamida, monômero catiônico, acrilonitrila, 3-hidroxiopropano de nitrila, isobutano de nitrila
Poliacrilamida catiônica (granular) ^d	Acrilamida polímero catiônico em pó	Floculante	[9003-05-8]	4-20 milhões	e	Acrilamida, monômero catiônico, acrilonitrila, 3-hidroxiopropano de nitrila, isobutano de nitrila
Poliacrilamida hidrolisada	HPAM polieletrólitos	Floculante	Sal de amônio [26100-47-0] sal de sódio [25085-02-3]	4-30 milhões	e	Acrilamida, acrilonitrila, 3-hidroxiopropano de nitrila, isobutano de nitrila
Poliacrilamida não iônica (emulsão) ^d	PAM, PAMD	Floculante	[9003-05-8]	4-20 Milhões	e	Acrilamida, acrilonitrila, 3-hidroxiopropano de nitrila, isobutano de nitrila
Poliacrilamida não iônica (seca) ^d	PAM, PAMD Polímero não iônico	Floculante	[9003-05-8]	4-20 milhões	e	Acrilamida, acrilonitrila, 3-hidroxiopropano de nitrila, isobutano de nitrila

Tabela 1 (continuação)

Produto	Nome usual	Descrição/ uso principal	Fórmula e/ou número CAS	Massa molecular aproximada	Método de preparação	Análises específicas ^a
Policloreto de dialildimetilamônio	PoliDADMAC	Floculante	[26062-79-3]	10 mil - 3 milhões	e	Monômero DADMAC, Dimetilamina
Poliepiclorohidrina de dimetilamina	Poliamina EPI/DMA	Floculante	[25988-97-0] ou [42751-79-1]	30 mil - 3 milhões	e	Epiclorohidrina, 1,3-dicloro-propan-2-ol, 1,2-dicloro-propan-3-ol, glicidol, dimetilamina, etilenodiamina (se usado como agente de ramificação)
Sílica ativada	Ácido silícico	Coagulante	SiO ₂ ·nH ₂ O [1343-98-2]	78 (n = 1)	Método A (ver 9.2)	Metais ^b radionuclídeos,
Silicato de sódio ^f	—	Coagulante	Na ₂ O(SiO ₂) _n típico (n = 3) [1344-09-8]	122 (n = 1)	Método A (ver 9.2)	Metais ^b
Sulfato de alumínio	Alumen, trissulfato de alumínio	Sal metálico coagulante	Al ₂ (SO ₄) ₃ ·nH ₂ O [10043-01-3]	594,4 (n = 14)	Método F (ver 9.7)	Metais ^b , surfactantes, scan básico/nNeutroc VOC ^g
Sulfato férrico	Sulfato de ferro (III)	Sal metálico coagulante	Fe ₂ (SO ₄) ₃ ·nH ₂ O [10028-22-5]	399,88 (n = 0)	Método F (ver 9.7)	Metais ^b , VOC ^g , scan básico/neutro/ácido ^c
Sulfato ferroso	Sulfato de ferro (II)	Sal metálico coagulante	FeSO ₄ ·nH ₂ O [7720-78-7]	151,91 (n = 0) 278,0 (n = 7)	Método F (ver 9.7)	Metais ^b , VOC ^g , scan básico/neutro/ácido ^c
Tanato quaternário de amônio	—	Floculante	[71631-09-9]	370	Método F (ver 9.7)	Formaldeído VOC ^g scan básico/neutro/ácido
Aluminato de sódio	—	Sal metálico coagulante	Na ₂ Al ₂ O ₄ [1302-42-7]	163,94	Método F (ver 9.7)	Metais ^b , VOC ^g , scan básico/neutro/ácido ^c

- ^a Parâmetros adicionais devem ser analisados em função da formulação do produto, do processo produtivo e da matéria-prima empregada.
- ^b Os metais abrangidos são: alumínio, antimônio, arsênio, bário, berílio, cádmio, cromo, cobre, chumbo, ferro, manganês, mercúrio, níquel, selênio, tálio e zinco.
- ^c Extração de amostras em faixas diferentes de pH para varredura em espectrômetro de massa (GC/MS ou HPLC/MS, a depender do analito a ser pesquisado) para produtos produzidos a partir de insumos residuais ou reciclados.
- ^d Se iniciadores contendo nitrogênio forem utilizados nestes produtos, deve ser incluída a análise destes iniciadores, bem como a de seus subprodutos.
- ^e As metodologias de preparação de amostras não apresentadas nesta Norma devem ser descritas detalhadamente pelo fornecedor, com referências apropriadas da literatura técnica e devida justificativa, para aprovação.
- ^f Silicato de sódio pode ser usado em conjunto com uma substância que forme ácido para produzir sílica ativada. As concentrações líquidas de silicato de sódio e de substâncias formadoras de ácido não podem exceder as dosagens máximas de uso para estes produtos químicos individualmente.
- ^g Os compostos orgânicos voláteis a serem considerados são aqueles previstos na Portaria de Potabilidade vigente.

Tabela 2 – Produtos destinados a ajuste de pH e precipitação, controle de corrosão e incrustação, abrandamento e sequestro de íons

Produto	Nome usual	Descrição/ uso principal	Fórmula e/ou número CAS	Massa molecular aproximada	Método de preparação	Análises específicas ^a
Hidróxido de cálcio	Cal hidratada	Ajuste de pH	Ca(OH) ₂ (1305-62-0)	74,10	Método C (ver 9.4)	Metais ^b , fluoreto, dioxinas e furanos ^c , radionuclídeos ^c
Hidróxido de cálcio em suspensão	Cal em suspensão	Ajuste de pH	Ca(OH) ₂ (1305-62-0)	74,10	Método C (ver 9.4)	Metais ^b , fluoreto, dioxinas e furanos ^c , radionuclídeos ^c
Óxido de cálcio	Cal virgem	Ajuste de pH	CaO (1305-78-8)	56,0	Método C (ver 9.4)	Metais ^b , radionuclídeos ^c , fluoreto, dioxinas e furanos ^c
Hidróxido de sódio	Soda cáustica	Ajuste de pH	NaOH (1310-72-2)	40,1	Método B (ver 9.3)	Metais ^b
Ácido sulfúrico	Ácido sulfúrico	Ajuste de pH	H ₂ SO ₄ (7664-93-9)	98,0	Método D (ver 9.5)	Metais ^b VOC ^d
Ácido clorídrico	Ácido clorídrico	Ajuste de pH	HCl (7647-01-0)	36,5	Método D (ver 9.5)	Metais ^b VOC ^d
Carbonato de sódio	Barrilha	Ajuste de pH	Na ₂ CO ₃ (497-19-8)	105	Método B (ver 9.3)	Metais ^b , dioxinas e furanos
Gás carbônico	Gás carbônico	Ajuste de pH	CO ₂ (124-38-9)	44	Método E (ver 9.6)	VOC ^d
Ortopolifosfato de sódio	Ortopolifosfato de sódio	Controle de corrosão e sequestrante	Variável	Variável	Método A (ver 9.2)	Fluoreto, metais ^b , radionuclídeos
Ortofosfato monossódico	Fosfato de sódio	Controle de corrosão	NaH ₂ PO ₄ (7558-80-7)	120,0	Método B (ver 9.3)	Fluoreto, metais ^b , radionuclídeos
Polifosfato de sódio	SHMP	Controle de corrosão	(NaPO ₃) _n · Na ₂ O tipicamente (n = 14) (68915-31-1)	Variável	Método A (ver 9.2)	Fluoreto, metais ^b , radionuclídeos
Ácido etileno diamino tetracético	EDTA	Sequestrante	C ₁₀ H ₁₆ N ₂ O ₈ (60-00-4)	292,3	Método A (ver 9.2)	Metais ^b , VOC ^d

^a Parâmetros adicionais devem ser analisados em função da formulação do produto, do processo produtivo e da matéria-prima empregada.

^b Os metais abrangidos são alumínio, antimônio, arsênio, bário, berílio, cádmio, cromo, cobre, chumbo, ferro, manganês, mercúrio, níquel, selênio, tálio e zinco.

^c No caso de óxido de cálcio e hidróxido de cálcio produzidos de forma integrada e sequencial na mesma unidade de produção e a partir da mesma matéria-prima, as análises específicas de dioxinas, furanos e radionuclídeos podem ser efetuadas apenas no óxido de cálcio, isentando de repeti-las para o hidróxido de cálcio, considerando-se que o processo produtivo está acrescentando apenas a água.

^d Os compostos orgânicos voláteis a serem considerados são aqueles previstos na Portaria de Potabilidade vigente.

Tabela 3 – Produtos destinados a desinfecção e oxidação

Produto	Nome usual	Descrição/ uso principal	Fórmula e/ou número CAS	Massa molecular aproximada	Método de Preparação	Análises específicas ^a
Amônia, anidro	Gás de amônia	Desinfecção, oxidação	NH ₃ (7664-41-7)	17,0	Método E (ver 9.6)	Metais ^b , VOC ^d
Hidróxido de amônio	Amônia líquida	Desinfecção, oxidação	NH ₄ OH (1336-21-6)	35,0	Método B (ver 9.3)	Metais ^b
Sulfato de amônio	Amônia seca	Desinfecção, oxidação	(NH ₄) ₂ SO ₄ (7783-20-2)	132,0	Método A (ver 9.2)	Metais ^b
Hipoclorito de cálcio	–	Desinfecção, oxidação	Ca(OCl) ₂ (7778-54-3)	143,1	Método A (ver 9.2)	Metais ^b , VOC ^d , bromato, dioxinas e furanos ^e radionuclídeos, percloratos
Cloro	Gás de cloro	Desinfecção, oxidação	Cl ₂ (7782-50-5)	71,0	Método E (ver 9.6)	Metais ^b , VOC ^d
Peróxido de hidrogênio	–	Desinfecção, oxidação	H ₂ O ₂ (7722-84-1)	34,0	Método A (ver 9.2)	Metais ^b , VOC ^d
Permanganato de potássio	Permanganato	Desinfecção, oxidação	KMnO ₄ (7722-64-7)	158,0	Método B (ver 9.3)	Metais ^b
Clorato de sódio	–	Geração de dióxido de cloro	NaClO ₃ (7775-09-9)	106,5	Método A (ver 9.2)	Metais ^b , VOC ^d , bromato
Clorito de sódio	–	Geração de dióxido de cloro	NaClO ₂ (7758-19-2)	90,5	Método A (ver 9.2)	Metais ^b , VOC ^d , bromato
Hipoclorito de sódio	–	Desinfecção, oxidação	NaClO (7681-52-9)	74,5	Método B (ver 9.3)	Metais ^b , VOC ^d , bromato percloratos
Dicloro isocianurato de sódio	Dicloro-s- Triazina Triona de sódio	Desinfecção, oxidação	NaCl ₂ (NCO) ₃ (2893 78 9)	220,0	c	Metais ^b , VOC ^d , bromato
Ácido tricloroisocianurico	Tricloro-s- triazina Triona de sódio	Desinfecção, oxidação	Cl ₃ (NCO) ₃ (87 90 1)	232,0	c	Metais ^b , VOC ^d , bromato

^a Parâmetros adicionais devem ser analisados em função da formulação do produto, do processo produtivo e da matéria-prima empregada.

^b Os metais abrangidos são alumínio, antimônio, arsênio, bário, berílio, cádmio, cromo, cobre, chumbo, ferro, manganês, mercúrio, níquel, selênio, tálio e zinco.

^c As metodologias de preparação de amostras não apresentadas nesta Norma devem ser descritas detalhadamente pelo fornecedor, com referências apropriadas da literatura técnica e devida justificativa, para aprovação.

^d Os compostos orgânicos voláteis a serem considerados são aqueles previstos na Portaria de Potabilidade vigente.

^e A análise de dioxinas e furanos no hipoclorito de cálcio é justificada pelo risco potencial de contaminação através do hidróxido de cálcio utilizado como matéria-prima.

Tabela 4 – Produtos específicos

Produto	Nome usual	Descrição/ uso principal	Fórmula e/ou número CAS	Massa molecular aproximada	Método de preparação	Análises específicas ^a
Fluoreto de cálcio	Espatoflúor; fluorita	Fluoretação	CaF ₂ (7789-75-5)	78,08	Método B (ver 9.3)	Metais ^b radionuclídeos
Sulfato de cobre	Sulfato cúprico	Algicida	CuSO ₄ (7758-98-7)	159,61	Método A (ver 9.2)	Metais ^b
Ácido fluossilícico	Ácido hidrofluossilícico	Fluoretação	H ₂ SiF ₆ 16961-83-4	144,11	Método B (ver 9.3)	Metais ^b radionuclídeos
Bissulfito de sódio	Sulfeto ácido de sódio	Decloração e antioxidante	NaHSO ₃ (7631-90-5)	104,07	Método A (ver 9.2)	Metais ^b
Fluoreto de sódio		Fluoretação	NaF (7681-49-4)	42,0	Método B (ver 9.3)	Metais ^b radionuclídeos
Metabisulfito de sódio	Pirosulfito de sódio	Decloração e antioxidante	Na ₂ S ₂ O ₅ (7681-57-4)	190,13	Método A (ver 9.2)	Metais ^b
Silicofluoreto de sódio	Fluossilicato de sódio	Fluoretação	Na ₂ SiF ₆ (16893-85-9)	132,0	Método B (ver 9.3)	Metais ^b
Sulfito de sódio	–	Decloração e antioxidante	Na ₂ SO ₃ (7757-83-7)	126,06	Método A (ver 9.2)	Metais ^b
Fosfato tricálcico	Hidroxiapatita	Defluoretação	Ca ₅ (PO ₄) ₃ OH (12167-4-7)	502	Método B (ver 9.3)	Metais ^b radionuclídeos Fluoreto
Carvão ativado	Carvão ativado em pó, CAP	Decloração, remoção de cor, gosto e odor	C _n	–	Método G (ver 9.8)	Metais ^b scan básico/neutro/ ácido radionuclídeos ^e
Cloreto Ferroso		Redução de clorito	FeCl ₂ (7758-94-3)	126,75	Método F (ver 9.7)	Metais ^b , VOC ^c , scan básico/neutro/ ácido ^d

^a Parâmetros adicionais devem ser analisados em função da formulação do produto, do processo produtivo e da matéria-prima empregada.

^b Os metais abrangidos são alumínio, antimônio, arsênio, bário, berílio, cádmio, cromo, cobre, chumbo, ferro, manganês, mercúrio, níquel, selênio, tálio e zinco.

^c Os compostos orgânicos voláteis a serem considerados são aqueles previstos na Portaria de Potabilidade vigente.

^d Extração de amostras em faixas diferentes de pH para varredura em espectrômetro de massa (GC/MS ou HPLC/MS, a depender do analito a ser pesquisado) para produtos produzidos a partir de insumos residuais ou reciclados.

^e Para o carvão quimicamente ativado, deve ser adicionada a análise de VOC ^c.

8 Amostragem

8.1 Geral

A amostra deve ser coletada em um ponto antes do embarque e deve ser representativa do produto comercializado. Nenhuma amostra pode ser coletada de contentores danificados ou com vazamentos.

A amostragem deve ser realizada pelo laboratório responsável pelo estudo em BPL ou pelo fornecedor com acompanhamento presencial de técnico deste laboratório.

As amostras líquidas de hipoclorito se decompõem ao longo do tempo, produzindo perclorato adicional. Assim, as amostras coletadas para determinação de percloratos devem ser neutralizadas após a coleta, quando as análises não forem executadas imediatamente. Informações a respeito do agente neutralizante utilizado e a data e hora da adição devem ser registradas nos dados da amostra.

NOTA Deve ser utilizado um agente neutralizante adequado que não interfira no método de análise. Agentes neutralizantes que podem ser utilizados, não se limitando a estes, estão citados na Tabela 5.

Tabela 5 – Guia de uso do agente neutralizante

Agente neutralizante ^a	Guia de proporção de uso ^b
Ácido malônico	0,75:1 mol ou, aproximadamente, 11 gde ácido malônico para cada 10 g de cloro livre disponível no produto
Peróxido de hidrogênio	1,1:1 mol ou aproximadamente, 5,3 g de peróxido de hidrogênio (equivalente a 18 g de solução de H ₂ O ₂ 30%) para cada 10 g de cloro livre disponível no produto
^a Cada produto tem seus riscos potenciais e as precauções de segurança apropriadas devem ser tomadas ao manipular estes produtos. ^b Fonte: <i>Hypochlorite – An Assessment of Factors that Influence the Formation of Perchlorate and Other Contaminants</i> , AWWA-WRF, 2009.	

8.2 Amostras líquidas

8.2.1 Para produtos a granel, devem ser coletadas cinco amostras individuais com aproximadamente 100 mL cada uma, de várias profundidades e seções do recipiente de armazenagem. As amostras individuais devem ser compostas e homogeneizadas para formar uma única amostra de cerca de 500 mL.

8.2.2 Para produtos embalados, deve ser coletada uma amostra composta dos lotes, através da seleção aleatória de amostras individuais de aproximadamente 5 % dos recipientes do lote, com um mínimo de cinco e um máximo de 15 recipientes amostrados. Se houver menos de cinco recipientes, os procedimentos de amostragem devem ser idênticos àqueles usados para recipientes a granel (ver 8.2.1). As amostras individuais devem ser compostas e homogeneizadas para formar uma única amostra de cerca de 500 mL.

8.2.3 A amostra composta obtida em 8.2.1 ou 8.2.2 deve ser homogeneizada, dividida e acondicionada em três recipientes de aproximadamente 125 mL, que não promovam alterações nas características do produto, preservados de acordo com as instruções do fornecedor. Cada recipiente deve ser lacrado e identificado, como nome do produto, tipo de embalagem amostrada, nome do fornecedor, data e local da amostragem, data e local de produção, número do lote, quando aplicável, assinatura e identificação do responsável pela amostragem. Uma amostra deve ser usada para análise, conforme descrito nas Seções 9 e 10, e as duas amostras restantes devem ser retidas para fins de reavaliação, caso necessário, por até um ano.

8.3 Amostras sólidas

8.3.1 Para produtos a granel, devem ser coletadas cinco amostras individuais de aproximadamente 100 g cada uma, de várias profundidades e seções do recipiente de armazenagem. As amostras individuais devem ser compostas e homogeneizadas para formar uma única amostra de cerca de 500 g.

8.3.2 Para produtos embalados, deve ser coletada uma amostra composta dos lotes, mediante a seleção aleatória de amostras individuais de aproximadamente 5 % dos recipientes do lote, com um mínimo de cinco e um máximo de 15 recipientes amostrados. Se houver menos de cinco recipientes, os procedimentos de amostragem devem ser idênticos àqueles usados para recipientes a granel (ver 8.3.1). As amostras individuais devem ser compostas e homogeneizadas para formar uma única amostra de cerca de 500 g.

8.3.3 A amostra composta obtida em 8.3.1 ou 8.3.2 deve ser homogeneizada e colocada em três recipientes de aproximadamente 160 g, que não promovam alterações nas características do produto, preservados de acordo com as instruções do fornecedor. Cada recipiente deve ser lacrado e identificado, como nome do produto, tipo de embalagem amostrada, nome do fornecedor, data e local da amostragem, data e local de produção, número do lote, quando aplicável, assinatura e identificação da pessoa responsável pela amostragem. Uma amostra deve ser usada para análise conforme descrito nas Seções 9 e 10, e as duas amostras restantes devem ser retidas para fins de reavaliação, caso necessário, por até um ano.

8.4 Amostras gasosas

Uma amostra representativa deve ser obtida, mediante o uso de um cilindro de amostragem de gás. A amostra deve ser coletada de acordo com as especificações e precauções informadas pelo fornecedor.

9 Preparação das amostras

9.1 Água reagente

9.1.1 A água reagente é produzida por meio de um ou mais dos seguintes processos de tratamento: destilação, osmose reversa, troca iônica ou outro processo de tratamento equivalente, atendendo às seguintes características gerais:

- a) condutividade elétrica, máximo 0,056 $\mu\text{S}/\text{cm}$ a 25 °C;
- b) carbono orgânico total máximo (COT) 100 $\mu\text{g}/\text{L}$.

9.1.2 A água reagente não pode conter o analito-alvo em uma concentração acima da metade do limite (CIPP) de cada analito de interesse específico.

9.2 Método A

9.2.1 Diluir a amostra a uma concentração equivalente a dez vezes a dosagem máxima de uso do produto, utilizando água reagente. Se a amostra não dissolver completamente na solução, aquecer levemente até que toda ela esteja incorporada à solução, sem deixar ferver. O produto deve ser considerado em base seca.

NOTA Para análises de bromato e perclorato em hipoclorito de cálcio, não há exigência de preparação da amostra, podendo a análise desse parâmetro ser realizada na amostra da maneira como ela é recebida no laboratório.

9.2.2 Calcular a massa da amostra de acordo com a seguinte equação:

$$m_{am} = DMU \times V \times 10 \quad (1)$$

onde

m_{am} é o valor numérico da quantidade de amostra a ser pesada, expresso em miligramas (mg);

DMU é o valor numérico da dosagem máxima de uso do produto, expresso em miligramas por litro (mg/L);

V é o valor numérico do volume requerido da solução da amostra, expresso em litros (L).

9.2.3 Preservar a amostra de acordo com os requisitos contidos na Tabela 6.

Tabela 6 – Preservação das soluções de amostras preparadas

Impureza	Preservante	Recipiente	Temperatura de armazenagem
Agrotóxicos	Nenhum	Vidro âmbar com tampa de politetrafluoretileno (PTFE)	4 °C
Metais	1,25 mL de HNO ₃ por 125 mL de amostra	Polietileno de alta densidade (PEAD)	Temperatura ambiente
Orgânicos	Nenhum	Vidro âmbar com tampa de PTFE	4 °C
Radionuclídeos	10 mL de HNO ₃ por 1 L de amostra	PEAD	Temperatura ambiente
Compostos orgânicos voláteis	4 gotas de HCl 1:1 por 160 mL de amostra	Recipiente de vidro para orgânicos voláteis com tampa de PTFE	4 °C

9.3 Método B

9.3.1 Diluir a amostra a uma concentração equivalente a dez vezes a dosagem máxima de uso do produto, utilizando água reagente. Usar béqueres de polietileno ou PTFE para produtos à base de fluoreto. O produto deve ser considerado em base seca.

NOTA 1 Para análise de bromato e perclorato em hipoclorito de sódio, não há exigência de preparação da amostra, podendo a análise desse parâmetro ser realizada na amostra da maneira como ela é recebida no laboratório.

NOTA 2 A quantidade de hipoclorito de sódio a ser diluída é equivalente a dez vezes a dosagem máxima de uso, equivalente a 10 mg/L Cl₂, em base seca. A concentração de cloro residual na água tratada segue as legislações estaduais e federais aplicáveis.

9.3.2 Calcular a massa da amostra de acordo com a Equação (1), conforme 9.2.2.

NOTA O fosfato tricálcio e outros compostos não se dissolvem até que seja adicionado ácido clorídrico.

9.3.3 Acidificar com ácido clorídrico concentrado (HCl) para $\text{pH} < 2$. Se a amostra não dissolver completamente na solução, aquecer levemente até que toda ela esteja incorporada, sem deixar ferver.

9.3.4 Transferir quantitativamente para um balão volumétrico de volume igual ao requerido para a solução da amostra (ver 9.3.2) e avolumar com água reagente.

9.3.5 Preservar a amostra de acordo com os requisitos contidos na Tabela 6.

9.4 Método C

9.4.1 Triturar em almofariz não metálico aproximadamente 125 g e passar totalmente em peneira 0,149 mm (100 mesh).

9.4.2 Misturar e armazenar em um recipiente hermeticamente fechado.

9.4.3 Pipetar 20 mL de água reagente em um béquer de 500 mL.

9.4.4 Colocar o béquer em um agitador magnético aquecido a 60 °C.

9.4.5 Adicionar, lentamente, 10 vezes a dose máxima de uso da amostra.

9.4.6 Calcular a massa da amostra de acordo com a equação (1), conforme 9.2.2.

9.4.7 Misturar até obter uma pasta homogênea, evitando respingos.

9.4.8 Quando a pasta estiver homogênea, retirar o aquecimento.

9.4.9 Sob agitação, adicionar lentamente 325 mL de água reagente a 82 °C.

9.4.10 Resfriar a temperatura ambiente.

9.4.11 Filtrar através de membrana de fibra de vidro 1,2 μm , a vácuo, e transferir para um béquer de 500 mL.

9.4.12 Gotejar ácido nítrico (HNO_3) 1:4 até que o pH se mantenha entre 1,8 e 2,0 por 5 min.

9.4.13 Transferir quantitativamente para um balão volumétrico de 1 000 mL e avolumar com solução de ácido nítrico (HNO_3) 1:20.

9.5 Método D

9.5.1 Colocar aproximadamente 250 mL de água reagente, em um balão volumétrico de 500 mL.

9.5.2 Lentamente, com agitação, adicionar 5 mL de amostra.

9.5.3 Avolumar com água reagente.

9.5.4 Preservar a amostra de acordo com os requisitos contidos na Tabela 6.

9.6 Método E

9.6.1 Calcular a quantidade de amostra necessária para preparar uma amostra de gás dissolvido, que tenha uma concentração equivalente às quantidades declaradas abaixo ou à quantidade máxima que pode ser dissolvida em água. Utilizar a quantidade que for menor.

- 100 vezes a dosagem máxima de uso (DMU), para o caso de gás cloro;
- 10 vezes a dosagem máxima de uso (DMU) para outros gases (amônia, dióxido de carbono, oxigênio, entre outros).

9.6.2 Calcular a massa da amostra de acordo com as seguintes equações:

$$m_{\text{am}} = DMU \times V \times 100 \text{ (cloro)} \quad (2)$$

$$m_{\text{am}} = DMU \times V \times 10 \text{ (outros gases)} \quad (3)$$

onde

m_{am} é o valor numérico da quantidade de amostra a ser pesada, expresso em miligramas (mg);

DMU é o valor numérico da dosagem máxima de uso do produto, expresso em miligramas por litro (mg/L);

V é o valor numérico do volume requerido da solução da amostra, expresso em litros (L).

9.6.3 Encher um frasco lavador de gases de 1 000 mL (ver Figura 2) com aproximadamente 1 000 mL de água deionizada livre de orgânicos, a 4 °C.



Figura 2 – Frasco lavador de gases com tampa de junta esmerilhada e difusor de bolhas de vidro sinterizado

9.6.4 Pesar o frasco, com a tampa e o conteúdo, com precisão de 0,01 g. Registrar o peso e a tara do conjunto. Para o caso de preparo do gás oxigênio, registrar o peso do cilindro de gás e do conteúdo ao invés do frasco.

AVISO — É recomendado que a amostragem do gás seja feita por pessoal qualificado, bem como que o preparo da solução seja executado no laboratório do fornecedor para evitar risco do transporte de cilindros contendo gases perigosos.

9.6.5 Em uma capela de exaustão, borbulhar o produto através da água até que o peso desejado seja obtido. Para oxigênio, borbulhar o gás através da água por 10 min. No caso de recipientes sobre pressão, é recomendado o uso de uma válvula de redução e controle de fluxo entre o recipiente contendo o gás, geralmente um cilindro de amostragem, e o frasco lavador de gases. Utilizar uma con-

xão de fácil manuseio entre o frasco lavador de gases e o recipiente contendo o gás, pois pode ser necessário conectar e desconectar o recipiente contendo o gás por várias vezes até que se obtenha a massa desejada. Os tubos e materiais utilizados na montagem do sistema devem ser de material inerte para prevenir a contaminação da solução. No caso do cilindro conter o gás liquefeito, este deve ser posicionado na vertical e a retirada do gás deve ser feita pela parte superior, de forma a retirar somente a fase gasosa.

9.6.6 Registrar o peso final do frasco, com a tampa e o conteúdo, a uma precisão de 0,01 g. O aumento em peso é igual ao peso do produto. Para o oxigênio, registrar o peso final do cilindro. O decréscimo de peso do cilindro é igual ao peso de oxigênio.

9.6.7 No caso do cloro, neutralizar o excesso de cloro dissolvido na água adicionando gotas de uma solução de tiosulfato de sódio 1,0 mol/L. Verificar a presença de cloro dissolvido adicionando gotas da solução em uma mistura de amido com iodeto de potássio 10 %. O excesso de cloro será eliminado quando a solução permanecer incolor.

9.6.8 Preservar e armazenar a amostra de acordo com os ensaios requeridos. Ver requisitos na Tabela 5.

NOTA O método descrito aplica-se para análise de amostras de água. Em alguns casos, o tetracloreto de carbono pode ser analisado diretamente no cloro utilizando a ASTM E806.

9.7 Método F

9.7.1 Coagulantes líquidos

9.7.1.1 Pesar, com precisão de 0,01 mg, um balão volumétrico de 100 mL (m_a).

9.7.1.2 Pipetar um volume conhecido (20 mL a 50 mL) da amostra homogeneizada no balão. A área livre do vidro não pode ser tocada pela amostra.

9.7.1.3 Pesar, com precisão de 0,1 mg, o balão volumétrico e o conteúdo (m_c).

9.7.1.4 Avolumar com água reagente, cuidando para não molhar a área livre do vidro. Não misturar.

9.7.1.5 Pesar o balão volumétrico e o conteúdo com precisão de 0,1 mg (m_d).

9.7.1.6 Homogeneizar e transferir para um frasco de Erlenmeyer de 125 mL e reservar.

9.7.1.7 Enxaguar o balão volumétrico com água reagente. Deixar o gargalo secar e, em seguida, avolumar com água reagente, tomando cuidado para não molhar a área livre do vidro.

9.7.1.8 Pesar o balão volumétrico, contendo água reagente, com precisão de 0,1 mg (m_b).

9.7.1.9 Calcular a massa da amostra, em base seca, de acordo com as seguintes equações, considerando as pesagens realizadas:

$$m_w = m_b - m_a \quad (4)$$

$$m_x = m_c - m_a \quad (5)$$

$$m_y = m_d - m_c \quad (6)$$

$$m_{am} = m_d - m_b \quad (7)$$

$$m_z = m_w - m_y \quad (8)$$

$$f = \frac{m_x}{m_z} \quad (9)$$

$$m_{am} = m_x - m_z \quad (10)$$

onde

m_a é a massa do balão volumétrico;

m_b é a massa do balão volumétrico com água;

m_c é a massa do balão volumétrico com amostra;

m_d é a massa do balão volumétrico com amostra e água de diluição;

m_w é a massa da água;

m_x é a massa da solução da amostra;

m_y é a massa da água de diluição;

m_{am} é a massa da amostra (base seca) na solução de amostra;

m_z é a massa de água equivalente à massa da solução da amostra;

f é o fator de diluição da amostra.

9.7.1.10 Caso a amostra seja de sulfato de alumínio, levar em conta a água de hidratação. Neste caso, calcular a massa de acordo com a seguinte equação:

$$m_{am1} = m_{am} \times 1,7372 \quad (11)$$

onde

m_{am1} é o valor numérico da massa do sulfato de alumínio hidratado ($Al_2(SO_4)_3 \cdot 14H_2O$), expresso em gramas (g);

m_{am} é o valor numérico da massa de sulfato de alumínio anidro ($Al_2(SO_4)_3$), expresso em gramas (g).

O valor numérico da razão entre a massa molecular do sal hidratado e a massa molecular do sal anidro é 1,7372, expresso em gramas por gramas(g/g).

9.7.1.11 Para determinação da massa do sal hidratado em outros coagulantes de sais metálicos com água de hidratação, devem ser efetuados cálculos similares aos descritos em 9.7.1.10, considerando-se a razão entre a massa molecular do sal hidratado e a massa molecular do sal anidro específicos de cada coagulante.

9.7.1.12 Calcular o volume da solução, para atingir o equivalente a dez vezes a dose máxima de uso, de acordo com a seguinte equação:

a) para coagulantes de sais metálicos com água de hidratação:

$$V = \frac{10 \times DMU \times 100 \times 1}{m_{am1} \times 1000} \quad (12)$$

ou

$$V = \frac{DMU}{m_{am1}} \quad (13)$$

b) para coagulantes de sais metálicos sem água de hidratação:

$$V = \frac{10 \times DMU \times 100 \times 1}{m_{am} \times 1000} \quad (14)$$

ou

$$V = \frac{DMU}{m_{am}} \quad (15)$$

onde

V é o valor numérico do volume da solução (alíquota a ser pipetada), expresso em mililitros (mL);

DMU é o valor numérico da dosagem máxima de uso do produto químico proposta pelo fornecedor, expresso em miligramas por litro (mg/L);

m_{am1} é o valor numérico da massa do coagulante hidratado na solução inicial, expresso em gramas (g);

m_{am} é o valor numérico da massa do coagulante na solução inicial, expresso em gramas (g).

Na Equação 14, 10 é o fator de segurança (ver 5.2), 100 é o volume total da solução inicial em mililitros, 1 é o volume total da solução final em litros e 1 000 é o fator de transformação de unidade em miligramas por grama.

9.7.1.13 Pipetar a alíquota calculada da solução, reservada em 9.7.1.6, em um balão volumétrico de 1 L e diluir com água reagente até atingir o volume e reservar.

9.7.2 Coagulantes sólidos

Pesar o equivalente a 10 vezes a dosagem máxima de uso da amostra e transferir para um balão volumétrico de 1L, lavado com ácido. Seguir as instruções do fornecedor para dissolver o material e avolumar com água reagente e reservar.

9.7.3 Análise do produto

9.7.3.1 Análise do produto sem formação de flocos

9.7.3.1.1 Pipetar uma alíquota de 100 mL da solução reservada em 9.7.1.12 (coagulante líquido) ou 9.7.2 (coagulante sólido) em um béquer de 200 mL.

9.7.3.1.2 Adicionar 2 mL de H₂O₂ a 30 % e 1 mL de HNO₃ concentrado à solução no béquer.

9.7.3.1.3 Aquecer por 1 h a 95 °C, ou até que o volume esteja entre 45 mL e 50 mL.

9.7.3.1.4 Resfriar à temperatura ambiente e transferir quantitativamente a solução para um balão volumétrico de 100 mL. Avolumar com água reagente e homogeneizar.

NOTA Se o teor de impurezas atender aos requisitos desta Norma (CIPA ≤ CIPP), não há necessidade de realizar análise no produto com flocos, de acordo com 9.7.3.2.

9.7.3.2 Análise do produto com formação de flocos

9.7.3.2.1 Pipetar uma alíquota de 100 mL da solução reservada em 9.7.1.12 (coagulante líquido) ou 9.7.2 (coagulante sólido) em um béquer de 200 mL.

9.7.3.2.2 Adicionar NaOH 0,1 mol/L com auxílio de uma bureta com agitação constante, até que o pH desejado seja atingido e se mantenha estável por 1 min. Anotar o volume adicionado. Considerar, para efeito de cálculo, o volume final após a adição de NaOH 0,1 mol/L.

NOTA O pH usualmente utilizado é o de 6,5, a menos que haja orientação diferente por parte do fornecedor do produto em ensaio.

9.7.3.2.3 Deixar a mistura descansar por no mínimo 1 h.

9.7.3.2.4 Filtrar através de membrana de fibra de vidro 1,2 µm com o auxílio de vácuo.

9.7.3.2.5 Preservar a amostra de acordo com os requisitos contidos na Tabela 6.

9.8 Método G

9.8.1 Determinação da umidade da amostra de carvão

9.8.1.1 Homogeneizar a amostra.

9.8.1.2 Pesar 30 g da amostra e anotar a massa (m_a), com quatro casas decimais, referente à amostra junto com o recipiente utilizado.

9.8.1.3 Secar em estufa a (105 ± 2) °C durante 2 h.

9.8.1.4 Esfriar até temperatura ambiente em dessecador.

9.8.1.5 Pesar a amostra seca junto com o recipiente utilizado e anotar a massa (m_s), com quatro casas decimais.

9.8.1.6 Calcular o teor de umidade (%U) da amostra conforme equação a seguir:

$$\%U = (m_a - m_s) \times 100 / m_a$$

onde

$\%U$ é o teor de umidade;

m_a é a massa da amostra;

m_s é a massa da amostra seca.

9.8.2 Preparo da amostra de carvão

9.8.2.1 Homogeneizar a amostra.

9.8.2.2 Pesar 25,0 g da amostra em um béquer de 1 000 mL.

9.8.2.3 Preparar uma solução de extração, com 500 mL de solução de biftalato de potássio 0,1 mol/L e 235 mL de solução de hidróxido de sódio 0,1 mol/L. Ajustar o pH para $(5,00 \pm 0,05)$ com ácido clorídrico 0,1 mol/L e completar o volume para 1 L.

9.8.2.4 Adicionar à amostra 800 mL da solução de extração, deixando em contato por 1 h com agitação leve.

9.8.2.5 Filtrar através de papel de filtro quantitativo, faixa preta, filtração rápida, retenção de partículas de 20 μm a 25 μm , recolhendo o filtrado em balão volumétrico de 1 000 mL e lavando o filtrado com aproximadamente 150 mL de solução de extração.

9.8.2.6 Completar o volume do balão com solução de extração.

9.8.2.7 Preservar a amostra de acordo com os requisitos contidos na Tabela 6.

10 Métodos de ensaio

10.1 Considerações gerais

Os métodos de ensaio para os produtos relacionados nesta Norma baseiam-se na detecção de impurezas que podem estar presentes quando se utilizam processos de produção convencionais e as matérias-primas se originam de fontes conhecidas. Para os produtos fabricados por meio de processos produtivos não convencionais ou que façam uso de fontes de matérias-primas alternativas, os procedimentos analíticos podem exigir modificações.

Os ensaios devem ser realizados de acordo com os documentos mais recentes a seguir:

- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, de autoria das instituições American Public Health Association (APHA), American Water Works Association (AWWA) e Water Environment Federation (WEF);
- Metodologias propostas pelo *United States Environmental Protection Agency* (USEPA);
- Normas publicadas pela International Standardization Organization (ISO); e
- Metodologias propostas pela Organização Mundial de Saúde (OMS).

NOTA Métodos alternativos podem ser adotados desde que validados segundo os critérios da DOQ-CGCRE 008 do Inmetro DOQ.

Quando a determinação de uma impureza for incompatível com o método de preparação da amostra, deve ser adotado procedimento adequado à sua detecção.

O método utilizado para determinar a concentração de uma impureza na água deve ter uma faixa de aplicação tal que o limite de quantificação não seja maior que a metade da CIPP do analito que está sendo investigado.

Os ensaios devem ser realizados de acordo com os critérios de Boas Práticas de Laboratório (BPL), conforme NIT DICLA 035.

10.2 Inorgânicos

Os ensaios de metais e não metais devem ser realizados de acordo com os métodos prescritos nas publicações citadas em 10.1.

10.3 Orgânicos

10.3.1 Geral

Os ensaios devem ser realizados de acordo com os métodos prescritos nas publicações citadas no item 10.1.

O ensaio de tetracloreto de carbono em amostras de cloro líquido pode ser realizado de acordo com a ASTM E806.

10.3.2 Copolímero de epícloridrina/dimetilamina (EPI-DMA)

10.3.2.1 Princípio

Os ensaios são realizados por meio de cromatografia gasosa com detecção por ionização de chama (FID). Utiliza-se um padrão interno composto de 100 µg/mL de 1,3-dicloro-propanona em cloreto de metileno/propan-2-ol na proporção de 1:1.

10.3.2.2 Reagentes

10.3.2.2.1 Epícloridrina, 99 % (analito).

10.3.2.2.2 1,3-Dicloro-propan-2-ol, 98 % (analito).

10.3.2.2.3 2,3-Dicloro-propan-1-ol (analito).

10.3.2.2.4 Glicidol (analito).

10.3.2.2.5 1,3-Dicloro-propanona (padrão interno).

10.3.2.2.6 Propan-2-ol.

10.3.2.2.7 Cloreto de metileno.

10.3.2.3 Aparelhagem

10.3.2.3.1 Cromatógrafo gasoso, equipado com injetor para coluna capilar tipo "split/splitless" e detector de ionização de chama (FID).

10.3.2.3.2 Coluna capilar: 30 m × 0,53 mm em polietilenoglicol, 1,0 µ de espessura do filme.

10.3.2.3.3 Balança analítica, com precisão de 0,1 mg.

10.3.2.3.4 Microseringa para cromatografia gasosa de 10 µL.

10.3.2.3.5 Pipeta Pasteur.

10.3.2.3.6 Frascos de vidro de 40 mL com septo faceado com PTFE.

10.3.2.3.7 Frascos de vidro de 2 mL com tampa rosqueável com septo faceado com PTFE.

10.3.2.3.8 Balões volumétricos de 10 mL e 500 mL.

10.3.2.3.9 Seringa descartável de 10 mL com unidade filtrante de 0,45 µm.

10.3.2.4 Procedimento

10.3.2.4.1 Preparo das soluções

10.3.2.4.1.1 Preparar uma solução-estoque de cada analito, pesando aproximadamente 0,1 g do material sem diluição em um balão volumétrico de 10 mL, diluindo com cloreto de metileno, e avolumar.

10.3.2.4.1.2 Preparar uma solução-estoque padronizada, pesando 0,1 g de 1,3-dicloro-propanona em um balão volumétrico de 10 mL, diluindo com cloreto de metileno, e avolumar.

10.3.2.4.1.3 Preparar uma diluição-padrão de 1 000 µg/mL, adicionando os volumes apropriados de cada padrão em um balão volumétrico de 10 mL, contendo cloreto de metileno/propan-2-ol (1:1). Adicionar volume apropriado da solução-padrão para perfazer uma concentração de 1,3-dicloro-propanona de 100 µg/mL e avolumar.

10.3.2.4.1.4 Preparar uma solução de extração pesando 0,0500 g de 1,3-dicloro-propanona em um balão volumétrico de 500 mL e adicionar 250 mL de cloreto de metileno para dissolver. Avolumar com propan-2-ol. Usar a solução resultante para preparar padrões de calibração, como a solução de extração para os produtos de polímero.

10.3.2.4.1.5 Preparar cinco padrões de calibração, nas concentrações de 5,0 µg/mL, 10 µg/mL, 25 µg/mL, 50 µg/mL e 200 µg/mL, por meio da diluição em série do padrão de 1 000 µg/mL, usando a solução de extração.

10.3.2.4.2 Extração de amostras

10.3.2.4.2.1 Adicionar 5,0 mL de solução de extração a 10,0 g de polímero em um frasco de vidro de 40 mL.

10.3.2.4.2.2 Homogeneizar por 1 h.

10.3.2.4.2.3 Deixar que as duas camadas se separem.

10.3.2.4.2.4 Usar uma pipeta Pasteur para transferir aproximadamente 2 mL do extrato para uma seringa com unidade filtrante.

10.3.2.4.2.5 Filtrar o extrato antes de injetá-lo no instrumento. O extrato deve estar livre de quaisquer gotículas de polímero.

10.3.2.4.2.6 Analisar o extrato em até 8 h após a extração, para garantir a precisão dos resultados.

10.3.2.4.3 Condições do ensaio

Utilizar o cromatógrafo conforme especificações do fabricante, de acordo com as seguintes condições:

a) temperatura do forno – rampa múltipla:

- 40 °C a 125 °C à razão de 20 °C/min; controle inicial – 5,0 min; controle final – 2,5 min;
- 125 °C a 150 °C à razão de 20 °C/min; controle final – 2,0 min; e
- 150 °C a 175 °C à razão de 20 °C/min; controle final – 10,0 min.

- b) temperatura do injetor: 235 °C;
- c) detector de temperatura: 300 °C;
- d) volume da injeção: 3,0 µL;
- e) pressão manométrica da coluna: 5 psi;
- f) orifício de injeção – *split/splitless*, válvula de purga ligada a 0,5 min.

NOTA Além da definição do tempo de purga, também é importante a definição prévia da medição do *split* (fluxo ou pressão).

10.3.2.5 Expressão dos resultados

Usar uma regressão linear dos cinco padrões de calibração para calcular a concentração de cada analito no extrato da amostra, em microgramas por mililitro (µg/mL). Calcular a concentração do analito na amostra de polímero, utilizando a seguinte equação:

$$CID = Cc \times \frac{5,0}{10} \quad (16)$$

onde

CID é o valor numérico da concentração do analito na amostra do polímero, expresso em microgramas por grama (µg/g);

Cc é o valor numérico da concentração da curva, expresso em microgramas por mililitros (µg/mL).

NOTA 1 Na equação (16), 5,0 é o volume da solução da extração, expresso em mililitros (mL), e 10 é a massa da amostra do polímero, expressa em gramas (g).

NOTA 2 Métodos alternativos constantes em normas nacionais ou internacionais podem ser utilizados, desde que validados segundo os critérios da DOQ-CGCRE 008 do Inmetro.

10.3.3 Monômero de acrilamida em poliacrilamida

O monômero de acrilamida deve ser determinado usando o método descrito na *Analytical Chemistry 50: 1959 (1978) Determination of acrylamide monomer in polyacrylamide and in environmental samples by high performance liquid chromatography*.

NOTA Métodos alternativos constantes em normas nacionais ou internacionais podem ser utilizados, desde que validados segundo os critérios da DOQ-CGCRE 008 do Inmetro.

10.3.4 Monômero de cloreto de dimetil-dialil-amônio em polidADMAC

10.3.4.1 Princípio do método

A amostra é analisada por meio da cromatografia líquida de alta resolução (HPLC), com detecção de ultravioleta (UV).

10.3.4.2 Reagentes

10.3.4.2.1 Ácido 1-octano-sulfônico, sal de Na.

10.3.4.2.2 Hidróxido de tetrametilamônio.

10.3.4.2.3 Ácido ortofosfórico.

10.3.4.2.4 n-butanol.

10.3.4.2.5 Acetonitrila.

10.3.4.2.6 Monômero de cloreto de dialil-dimetil-amônio (m-DADMAC) (analito).

10.3.4.3 Aparelhagem

10.3.4.3.1 Cromatógrafo líquido (HPLC) de alta resolução com detecção de ultravioleta.

10.3.4.3.2 Coluna: 250 mm × 4,6 mm C18, 5 µ.

10.3.4.3.3 Balança analítica, 0,1 mg de precisão.

10.3.4.3.4 Seringa HPLC de 20 µL com unidade filtrante de 0,45 µm.

10.3.4.3.5 Balões volumétricos de 5 mL, 10 mL, 25 mL e 100 mL.

10.3.4.4 Procedimento

10.3.4.4.1 Preparação da fase móvel

10.3.4.4.1.1 Preparar uma solução da fase móvel por meio da adição dos seguintes produtos, a 900 mL de água reagente para HPLC:

- a) 1,08 g de ácido 1-octano-sulfônico, sal de Na;
- b) 5,0 mL de 1,0 mol/L de hidróxido de tetrametilamônio;
- c) 100 mL de acetonitrila;
- d) 25 mL de n-butanol.

10.3.4.4.1.2 Ajustar o pH da solução para 3,0 por meio da adição de ácido ortofosfórico.

10.3.4.4.1.3 Filtrar a amostra em membrana compatível com os reagentes utilizados.

10.3.4.4.2 Preparação da solução de análise

10.3.4.4.2.1 Dissolver uma alíquota de 2,0 g da amostra de poliDADMAC em 10 mL de água reagente.

10.3.4.4.2.2 Filtrar aproximadamente 2 mL desta solução por meio de uma seringa com unidade filtrante de 0,45 µm.

10.3.4.4.2.3 Diluir 1,0 mL do filtrado para 10 mL com a solução da fase móvel.

10.3.4.4.3 Preparação dos padrões de calibração

Preparar quatro padrões de calibração nas concentrações de 20 µg/mL, 50 µg/mL, 200 µg/mL e 500 µg/mL, por meio de diluições em série do estoque-padrão m-DADMAC, usando a solução da fase móvel.

10.3.4.4.4 Condições do ensaio

Utilizar o cromatógrafo conforme especificações do fabricante, de acordo com as seguintes condições:

- a) temperatura da coluna: ambiente;
- b) fluxo da fase móvel: 2,0 mL/min;
- c) volume da injeção: 20 µL;
- d) detector: UV a 200 nm;
- e) tempo de retenção do DADMAC = 6,5 min.

10.3.4.4.5 Expressão dos resultados

Usar uma regressão linear dos quatro padrões de calibração para calcular a concentração de cada analito no extrato da amostra em microgramas por mililitro. Calcular a concentração do analito na amostra de polímero, utilizando a seguinte equação:

$$CID = Cc \times \frac{10}{2} \times A \quad (17)$$

onde

CID é o valor numérico da concentração do analito na amostra do polímero, expresso em microgramas por grama (µg/g);

Cc é o valor numérico da concentração da curva, expresso em microgramas por mililitros (µg/mL);

A é o fator de diluição que, nesse caso, é igual a 10.

NOTA 1 Na equação (17), 10 é o volume da solução da fase móvel, expresso em mililitros (mL), e 2 é a massa da amostra do polímero, expressa em gramas (g).

NOTA 2 Métodos alternativos constantes em normas nacionais ou internacionais podem ser utilizados, desde que validados segundo os critérios da DOQ-CGCRE 008 do Inmetro.

10.3.5 Dimetilamina em poliDADMAC e polímeros de epiclorigrina/dimetilamina

10.3.5.1 Reagentes

10.3.5.1.1 Tolueno.

10.3.5.1.2 Dimetilamina (40 % m/m).

10.3.5.1.3 Hexaclorobenzeno (100 µg/mL).

10.3.5.1.4 2,4 dinitrofluorbenzeno.

10.3.5.1.5 Hidróxido de sódio (NaOH).

10.3.5.1.6 Tetraborato de sódio.

10.3.5.1.7 1,4 dioxano.

10.3.5.2 Aparelhagem

10.3.5.2.1 Cromatógrafo a gás com detector de captura de elétrons e amostragem automática.

10.3.5.2.2 Coluna capilar em 100 % dimetil siloxano 30 m × 0,32 mm, filme de 1,0 µm.

10.3.5.2.3 Chapa aquecida.

10.3.5.2.4 Pipetas Pasteur.

10.3.5.2.5 Seringas de vários volumes.

10.3.5.2.6 Frascos de 40 mL para análise de orgânicos voláteis.

10.3.5.2.7 Balões volumétricos de tamanhos apropriados.

10.3.5.3 Procedimento

10.3.5.3.1 Preparação de soluções reagentes

10.3.5.3.1.1 Preparar uma solução 2 mol/L de NaOH, adicionando 8 g de NaOH em 100 mL de água reagente.

10.3.5.3.1.2 Preparar uma solução 2,5% de tetraborato de sódio, adicionando 2,5 g de tetraborato de sódio em 100 mL de água reagente.

10.3.5.3.1.3 Preparar uma solução derivada de 2,4-dinitrofluorbenzeno, adicionando 0,625g de 2,4-dinitrofluorbenzeno em 25 mL de 1,4-dioxano.

10.3.5.3.1.4 Preparar uma solução-estoque padronizada de 1 000 µg/mL, pesando aproximadamente 25 mg de dimetilamina (40 % m/m) em 10 mL de água reagente.

10.3.5.3.1.5 Preparar uma diluição-padrão de 100 µg/mL, adicionando 1 mL da solução-estoque padronizada em 10 mL de água reagente.

10.3.5.3.1.6 Preparar quatro padrões de calibração nas concentrações de 10 µg/mL, 50 µg/mL, 200 µg/mL e 500 µg/mL, por meio da diluição em série do padrão de 100 µg/mL em água reagente.

10.3.5.3.2 Preparação dos padrões de calibração e amostras

10.3.5.3.2.1 Adicionar 10 mL de cada padrão de calibração em um frasco de 40 mL para análise de orgânicos voláteis.

10.3.5.3.2.2 Para cada amostra, adicionar 0,5 g da amostra em 100 mL de água reagente. Tampar e agitar por 30 min. Adicionar 1 mL da amostra e 9 mL de água reagente em um frasco de 40 mL para análise de orgânicos voláteis.

10.3.5.3.2.3 Para cada padrão e duplicata com adição de padrão, adicionar 0,5 g da amostra em 100 mL de água reagente. Amostra com adição de padrão com 50 mg/kg ou massa equivalente ao encontrado na amostra. Tampar e agitar por 30 min. Adicionar 1 mL de amostra do padrão e 9 mL de água reagente em um frasco de 40 mL para análise de orgânicos voláteis.

10.3.5.3.3 Derivação e extração de padrões e amostra em frascos de 40 mL

10.3.5.3.3.1 Para cada padrão e amostra, adicionar 5 mL de tetraborato de sódio 2,5% e 1 mL de solução de 2,4 dinitrofluorbenzeno.

10.3.5.3.3.2 Tampar os frascos e colocar em banho-maria a 60 °C por 20 min.

10.3.5.3.3.3 Remover os frascos e adicionar 2 mL de hidróxido de sódio 2,0 mol/L.

10.3.5.3.3.4 Retornar os frascos para o banho-maria por 30 min.

10.3.5.3.3.5 Colocar os frascos em banho de gelo até atingir temperatura ambiente.

10.3.5.3.3.6 Para cada frasco, adicionar 5 mL de tolueno.

10.3.5.3.3.7 Tampar os frascos e agitar por 2 min.

10.3.5.3.3.8 Deixar as amostras em repouso por aproximadamente 5 min.

10.3.5.3.3.9 Transferir 1 mL de tolueno para um frasco de 1,8 mL do amostrador automático.

10.3.5.3.3.10 Adicionar 10 µL de hexaclorobenzeno em cada frasco e tampar.

10.3.5.3.4 Condições do ensaio

Utilizar o cromatógrafo conforme especificações do fabricante, de acordo com as seguintes condições:

a) ajustar a coluna do cromatógrafo com o seguinte programa:

- temperatura inicial: 150 °C;
- temperatura final: 220 °C;
- taxa de aquecimento: 4 °C/min;
- tempo inicial: 1 min;
- tempo final: 10 min;

b) temperatura do injetor: 235 °C;

c) temperatura do detector: 300°C;

d) escala 1.

10.3.5.4 Expressão dos resultados

Usar uma regressão linear dos quatro padrões para determinar a concentração de cada extrato de amostra. Calcular a concentração de dimetilamina na amostra de polímero, utilizando a seguinte equação:

$$CID = \frac{Cc \times (1 / 1000) \times 100 \times 10}{0,5} \quad (18)$$

onde

CID é o valor numérico da concentração dimetilamina na amostra do polímero, expresso em microgramas por grama ($\mu\text{g/g}$);

Cc é o valor numérico da concentração da curva, expresso em microgramas por litros ($\mu\text{g/L}$).

NOTA 1 Na equação (18), 1/1000 é o fator de conversão de mililitros (mL) para litros (L), 100 é o volume da água de diluição expresso em mililitros (mL), 10 é o fator de conversão de unidades e 0,5 é a massa da amostra do polímero, expressa em gramas (g).

NOTA 2 Métodos alternativos constantes em normas nacionais ou internacionais podem ser utilizados, desde que validados segundo os critérios da DOQ-CGCRE 008 do Inmetro.

10.4 Radionuclídeos

As análises para radionuclídeos devem ser realizadas de acordo com os métodos prescritos nas publicações citadas em 10.1.

Anexo A
(normativo)

Concentração de impureza permissível por produto (CIPP)

A Tabela A.1 relaciona os parâmetros regulamentados pela portaria de potabilidade vigente, não abrangendo todos os analitos potenciais de interesse que devam ser considerados. Para os parâmetros não regulamentados pela legislação vigente, o CIPP a ser considerado deve ser o mesmo relacionado como SPAC (*Single Product Allowable Concentration*) nas Tabelas D.1 a D.3 da NSF/ANSI 60 vigente. Para os parâmetros não previstos em nenhuma das normas anteriores, o CIPP deve ser baseado nos valores referência contidos no *Guidelines for drinking water quality*, da OMS. Cada produto pode conter outros analitos de interesse dependentes da formulação, processo de fabricação e matéria-prima empregada, para os quais os limites de concentração aceitáveis ainda não foram determinados. Nestes casos, o fornecedor deve propor os limites de concentração aceitáveis, baseados em estudos toxicológicos realizados por entidades nacionais ou internacionais de reconhecida competência técnica.

Tabela A.1 – Parâmetros de potabilidade

Parâmetros	VMP ^a mg/L	CIPP ^b mg/L
Inorgânicos		
Alumínio	0,2	0,02
Amônia (como NH ₃)	1,5	0,15
Antimônio	0,005	0,0005
Arsênio	0,01	0,001
Bário	0,7	0,07
Bromatoc	0,01	0,005
Cádmio	0,005	0,0005
Chumbo	0,01	0,001
Cianeto	0,07	0,007
Cloreto	250	25
Clorito	1	0,1
Cloro livre ^d	5	0,4
Cobre	2	0,13
Cromo	0,05	0,005
Ferro	0,3	0,03
Fluoreto ^e	1,5	0,12
Manganês	0,1	0,01
Mercúrio	0,001	0,0001
Níquel	0,07	0,007
Nitrato (como N)	10	1
Nitrito (como N)	1	0,1
Selênio	0,01	0,001
Sódio	200	20
Sulfato	250	25
Sulfeto de hidrogênio	0,1	0,01
Urânio	0,03	0,002
Zinco	5	0,5

Tabela A.1 (continuação)

Parâmetros	VMP ^a mg/L	CIPP ^b mg/L
Orgânicos/agrotóxicos		
Ácidos haloacéticos total ⁹	0,08	0,006
Acrilamida	0,0005	0,00005
Alaclor	0,020	0,0002
Aldrin e dieldrin	0,00003	0,000003
Aldicarbe+aldicarbesulfona+aldicarbesulfóxido	0,010	0,0007
Atrazina	0,002	0,0002
Benzeno	0,005	0,0005
Benzo[a]pireno	0,0007	0,00002
Carbendazim+benomil	0,120	0,012
Carbofurano	0,007	0,0007
Cloraminas Total	4,0	0,4
Clordano	0,0002	0,00002
Cloreto de vinila	0,002	0,0002
Clorpirifós + clorpirifós-oxon	0,030	0,003
DDT + DDD + DDE	0,001	0,0001
Diuron	0,090	0,009
Diclorometano	0,020	0,0005
Di(2-etilhexil)ftalato	0,008	0,0006
Endossulfan (α , β e sais)	0,020	0,002
Endrin	0,0006	0,00006
Estireno	0,020	0,002
Etilbenzeno	0,2	0,02
Glifosato + AMPA	0,500	0,050
Lindano (-HCH)h	0,002	0,00002
Mancozebe	0,180	0,018
Metolacoloro	0,010	0,001
Metamidofós	0,012	0,0012
Molinato	0,006	0,0006
Monoclorobenzeno	0,12	0,01
Parationa metílica	0,009	0,0009
Pendimentalina	0,020	0,002
Pentaclorofenol	0,009	0,0001
Permetrina	0,020	0,002
Profenofós	0,060	0,006
Simazina	0,002	0,0002
Surfactantes (como LAS)	0,5	0,05
Tetracloroeto de carbono	0,004	0,0004
Tetracloroeteno	0,040	0,004
Tolueno	0,17	0,017
Triclorobenzenosi	0,020	0,002
Tricloroeteno	0,020	0,002
Trifluralina	0,020	0,002
Trihalometanos totais f	0,1	0,008

Tabela A.1 (continuação)

Parâmetros	VMP ^a mg/L	CIPP ^b mg/L
Tebuconazol	0,180	0,018
Terbufós	0,0012	0,0001
Xilenos	0,3	0,03
1,2 Diclorobenzeno	0,01	0,001
1,4 Diclorobenzeno	0,03	0,003
1,1 Dicloroetano	0,030	0,0007
1,2 Dicloroetano	0,010	0,0005
1,2 Dicloroetano (cis + trans)	0,050	0,005
2,4,6 Triclorofenol	0,2	0,0005
2,4 D+2,4,5T	0,030	0,003
Radioatividade		
Radioatividade alfa global	0,10	0,01
Radioatividade beta global	1,0	0,1
<p>^a Valor máximo permitido definido pela portaria de potabilidade vigente.</p> <p>^b Os valores de CIPP, constantes nesta tabela, exceto quando indicado, representam 10% do VMP, conforme 5.2 desta Norma, ou o limite (SPAC) definido pela NSF ANSI 60 vigente, considerando-se sempre o valor mais restritivo.</p> <p>^c O CIPP adotado para este parâmetro é aquele utilizado pela NSF ANSI 60 vigente e considera apenas duas fontes principais de bromato, conforme, Nota 3 da Seção 7.</p> <p>^d O VMP representa o valor residual máximo de desinfetante exigido pela legislação vigente. Neste caso, o CIPP é válido apenas para os produtos que não sejam desinfetantes/oxidantes e que possam acrescentar a referida substância à água.</p> <p>^e No caso do flúor como princípio ativo, os valores recomendados para concentração de íon fluoreto devem observar a legislação específica vigente relativa à fluoretação da água. Em qualquer caso, deve ser respeitado o VMP definido pela portaria de potabilidade vigente.</p> <p>^f Referem-se à soma dos compostos bromodichlorometano, bromofórmio, clorodibromometano e clorofórmio.</p> <p>^g Ácidos haloacéticos: Ácido monocloraacético (MCAA) - CAS = 79-11-8, Ácido monobromoacético (MBAA) - CAS = 79-08-3, Ácido dicloroacético (DCAA) - CAS = 79-43-6, Ácido 2,2 - dicloropropiônico (DALAPON) - CAS = 75-99-0, Ácido tricloroacético (TCAA) - CAS = 76-03-9, Ácido bromocloroacético (BCAA) CAS = 5589-96-3, 1,2,3, tricloropropano (PI) - CAS = 96-18-4, Ácido dibromoacético (DBAA) -CAS = 631-64-1, e Ácido bromodichloroacético (BDCAA) - CAS = 7113-314-7.</p> <p>^h Esse parâmetro é usualmente e equivocadamente conhecido como BHC.</p> <p>ⁱ Triclorobenzenos: 1,2,4 TCB, 1,3,5 TCB, 1,2,3 TCB.</p>		

NOTA Os parâmetros foram considerados com base na Portaria 2914/2011 do Ministério da Saúde.