

A3DAQS3 - Metais

Anexo 3- Ambiente Dulcícola- Análise Química

1 METODOLOGIA

1.1 METAIS EM ÁGUA

1.1.1 Metais traço

As amostras de água coletadas nas estações foram analisadas, pela técnica de Espectrometria Atômica com Plasma Indutivamente Acoplado com detecção por Espectrometria de Massas (ICP-MS), sob três aspectos: Metais Totais; Metais Dissolvidos; Metais no Material Particulado em Suspensão (MPS). Para todas as amostras foram determinadas as concentrações, em $\mu\text{g L}^{-1}$, de 30 elementos: Al, As, Ba, Cd, Ce, Co, Cr, Cu, Dy, Er, Eu, Fe, Gd, Hg, Ho, La, Lu, Mn, Nd, Ni, Pb, Pr, Sm, Sn, Th, Tm, U, V, Yb e Zn. Para tal utilizou-se equipamento ICP-MS da marca Agilent – Modelo 8800-QQQ. As curvas analíticas foram construídas usando-se materiais de referência rastreáveis e solventes de elevada pureza.

1.1.2 Metais traço totais

A fração de metais totais é obtida pela digestão em micro-ondas da amostra adicionada de uma mistura de ácidos (HNO_3 e HCl) segundo norma EPA3515A.

1.1.3 Metais traço particulados

A fração de metais em MPS foi obtida pela digestão da membrana utilizada na filtração da amostra para a análise de metais dissolvidos, em micro-ondas da amostra adicionada de uma mistura de ácidos (HNO_3 , HCl , HF e H_2O_2), seguida de uma neutralização do HF com solução saturada de ácido bórico. Este procedimento segue a norma EPA3052.

1.1.4 Metais traço dissolvidos

A fração de metais dissolvidos é obtida no filtrado em membrana de $0,45 \mu\text{m}$ da amostra coletada. A análise é feita de forma direta.

1.2 METAIS EM SEDIMENTO

As amostras de sedimentos coletadas nas estações foram analisadas, pela técnica de Espectrometria Atômica com Plasma Indutivamente Acoplado com detecção por Espectrometria de Massas (ICP-MS), sob dois aspectos:

1. Metais Totais,
2. Metais Biodisponíveis;
3. Extração sequencial:
 - a. Fração 1 – metais adsorvidos;
 - b. Fração 2 – metais ligados a carbonatos;
 - c. Fração 3 – metais ligados a óxidos de ferro e manganês;
 - d. Fração 4 – metais ligados a matéria orgânica;

Para todas as amostras foram determinadas as concentrações, em ppm ou mg kg⁻¹, de 30 elementos: Al, As, Ba, Cd, Ce, Co, Cr, Cu, Dy, Er, Eu, Fe, Gd, Hg, Ho, La, Lu, Mn, Nd, Ni, Pb, Pr, Sm, Sn, Th, Tm, U, V, Yb e Zn. Para tal utilizou-se equipamento ICP-MS da marca Agilent – Modelo 8800-QQQ. As curvas analíticas foram construídas usando-se materiais de referência rastreáveis e solventes de elevada pureza.

1.2.1 Metais totais

A fração de metais totais foi obtida pela digestão em forno micro-ondas da amostra adicionada de uma mistura de ácidos (HNO₃, HCl, HF e H₂O₂), seguida de uma neutralização do HF com solução saturada de ácido bórico, conforme metodologia EPA 3052.

1.2.2 Metais biodisponíveis

A fração de metais biodisponíveis foi obtida pela digestão em forno micro-ondas da amostra adicionada de uma mistura de ácidos (HNO₃, HCl, e H₂O₂), seguida de uma filtração e análise do filtrado, conforme metodologia EPA 3051A.

1.2.3 Metais traço na fração trocável (extração sequencial 1)

A Fração 1 foi obtida a partir da extração dos metais no sedimento por uma solução de cloreto de magnésio 1 mol L⁻¹, a pH 7, sob agitação contínua por uma hora à temperatura ambiente, seguida de uma filtração e análise do filtrado.

1.2.4 Metais traço na fração adsorvida/carbonática (extração sequencial 2)

A Fração 2 foi obtida a partir da extração dos metais no sedimento por uma solução de acetato de sódio 1 mol L⁻¹, a pH 5, sob agitação contínua por cinco horas à temperatura ambiente, seguida de uma filtração e análise do filtrado.

1.2.5 Metais traço na fração reduzível (extração sequencial 3)

A Fração 3 foi obtida a partir da extração dos metais no sedimento por uma solução de NH₂OH.HCl 0,04 mol L⁻¹, com 25% de ácido acético, sob agitação esporádica por seis horas à temperatura de 96 °C, seguida de uma filtração à frio e análise do filtrado.

1.2.6 Metais traço na fração sulfídica/orgânica (extração sequencial 4)

A Fração 4 foi obtida a partir da extração dos metais no sedimento em três etapas: mistura de HNO₃ 0,2 mol L⁻¹ e H₂O₂ 30 volumes, sob agitação esporádica por duas horas à temperatura de 85 °C; nova adição de H₂O₂ 30 volumes, sob agitação esporádica por três horas à temperatura de 85 °C; após resfriamento, adição de acetato de amônio 3,2 mol L⁻¹, em 20 % de HNO₃, seguida de agitação contínua por trinta minutos à temperatura ambiente, seguida de uma filtração e análise do filtrado.