

A3DAQS4 - Orgânicos

Anexo 3- Ambiente Dulcícola- Análise Química

1. METODOLOGIA

1.1 ORGÂNICOS EM ÁGUA

1.1.1 Éter-aminas e aminas

As amostras de água coletadas nas estações foram submetidas a um processo de extração em fase sólida e analisadas, pela técnica de cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (GC-MS), conforme recomendado pelo termo de Referência 4 (TR4).

A metodologia de preparo de amostras para análise das aminas aromáticas e éter-aminas consiste em um processo de extração em fase sólida (SPE), em que 800 mL das amostras de água permeiam por um cartucho (EN Lichrolut), no qual são retidos os analitos de interesse, esse processo dura em média 12 horas para cada amostra. Os cartuchos são secos à vácuo (15 minutos), e posteriormente as aminas são extraídas com acetona, seguida de acetato de etila (20 minutos), e o extrato seco com nitrogênio por 10 minutos. O resíduo é solubilizado com acetato de etila e submetido à análise cromatográfica, utilizando um padrão interno. O processo de extração dura em média 2 dias e a análise cromatográfica dos 5 analitos, um padrão interno e um surrogate, tem um tempo de eluição de uma hora por amostra.

A análise quantitativa é feita segundo o método da curva analítica utilizando-se a razão entre as áreas do analito e do padrão interno apropriado, em função da concentração do analito, e as concentrações foram reportadas em ng L⁻¹.

1.1.2 Bifenilos policlorados – PCBs

As amostras de água coletadas nas estações foram submetidas a um processo de extração líquido-líquido, um cleanup conforme recomendado pela (UNEP,1992), e analisadas pela técnica de cromatografia gasosa acoplada a um detector de captura de elétrons (GC-ECD), conforme sugerido pela USEPA 8082A.

A metodologia de preparo de amostras para análise dos PCBs consiste em um processo de extração líquido-líquido com diclorometano (3 h/amostra), em que são utilizados 800 mL da amostra de água, seguida de uma rotaevaporação (30 minutos/amostra) e secagem do extrato em nitrogênio (5 minutos/amostra). O resíduo é solubilizado em n-hexano, passa por uma coluna de vidro com alumina, eluindo-se com mistura de n-hexano e diclorometano, seguida de rotoevaporação (30 minutos/amostra) e solubilização com n-hexano para a análise cromatográfica. O processo de extração dura em média 2 dias e a análise cromatográfica dos 7 analitos, um padrão interno e dois surrogates, tem um tempo de eluição de duas hora por amostra. O tratamento de dados requer a conferência manual da integração de cada um dos picos.

A análise quantitativa é feita segundo o método da curva analítica utilizando-se a razão entre as áreas do analito e do padrão interno apropriado, em função da concentração do analito, e as concentrações foram reportadas em ng L⁻¹.

1.1.3 Pesticidas

As amostras de água coletadas nas estações foram submetidas a um processo de extração líquido-líquido, um *cleanup* conforme recomendado pela (UNEP, 1992), e analisadas pela técnica de cromatografia gasosa acoplada a um detector de captura de elétrons (GC-ECD), conforme sugerido pelo protocolo USEPA 8081B.

A metodologia de preparo de amostras para análise dos pesticidas consiste em um processo de extração líquido-líquido com diclorometano (3 h/amostra), em que são utilizados 800 mL da amostra de água, seguida de uma rotaevaporação (30 minutos/amostra) e secagem do extrato em nitrogênio (5 minutos/amostra). O resíduo é solubilizado em n-hexano, passa por uma coluna de vidro com alumina, eluindo-se com mistura de n-hexano e diclorometano, seguida de rotaevaporação (30 minutos/amostra) e solubilização com n-hexano para a análise cromatográfica. O processo de extração dura em média 2 dias e a análise cromatográfica dos 11 analitos, um padrão interno e dois surrogates, tem um tempo de eluição de duas horas por amostra. O tratamento de dados requer a conferência manual da integração de cada um dos picos.

A análise quantitativa é feita segundo o método da curva analítica utilizando-se a razão entre as áreas do analito e do padrão interno apropriado, em função da concentração do analito, e as concentrações foram reportadas em ng L⁻¹.

1.1.4 Hidrocarbonetos policíclicos aromáticos – HPAs

As amostras de água coletadas nas estações foram submetidas a um processo de extração líquido-líquido, conforme recomendado pela USEPA 3510c, um *cleanup* segundo a USEPA 3630C e analisadas pela técnica de cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (GC-MS), conforme sugerido pelo protocolo USEPA 8270D.

A metodologia de preparo de amostras para análise dos HPAs consiste em um processo de extração líquido-líquido com diclorometano (3 h/amostra), em que são utilizados 800 mL da amostra de água, seguida de uma rotaevaporação (30 minutos/amostra) e secagem do extrato em nitrogênio (5 minutos/amostra). O resíduo é solubilizado em n-hexano, passa por uma coluna de vidro com sílica e alumina, eluindo-se com mistura de n-hexano e diclorometano (segunda fração coletada), seguida de rotaevaporação (30 minutos/amostra) e solubilização com n-hexano para a análise cromatográfica. O processo de extração dura em média 2 dias e a análise cromatográfica dos 16 analitos, os seis padrões internos e um surrogate, tem um tempo de eluição de uma hora por amostra, e as áreas de cada pico são checadas manualmente.

A análise quantitativa é feita segundo o método da curva analítica utilizando-se a razão entre as áreas do analito e do padrão interno apropriado, em função da concentração do analito, e as concentrações foram reportadas em ng L⁻¹.

1.1.5 Hidrocarbonetos alifáticos

As amostras de água coletadas nas estações foram submetidas a um processo de extração líquido-líquido, conforme recomendado pela USEPA 3510c, um *cleanup* segundo a USEPA 3630C e analisadas pela técnica de cromatografia gasosa acoplada a um detector de ionização por chamas (GC-FID), conforme sugerido pelo protocolo USEPA 8270D.

A metodologia de preparo de amostras para análise dos Hidrocarbonetos alifáticos consiste em um processo de extração líquido-líquido com diclorometano (3 h/amostra), em que são utilizados 800 mL da amostra de água, seguida de uma rotaevaporação (30 minutos/amostra) e secagem do extrato em nitrogênio (5 minutos/amostra). O resíduo é solubilizado em n-hexano, passa por

uma coluna de vidro com sílica e alumina, eluindo-se com mistura de n-hexano (primeira fração coletada), seguida de rotoevaporação (30 minutos/amostra) e solubilização com n-hexano para a análise cromatográfica. O processo de extração dura em média 2 dias e a análise cromatográfica dos 34 analitos, um padrão interno e três surrogates, tem um tempo de eluição de uma hora por amostra, onde as áreas de cada pico são checadas manualmente.

A análise quantitativa é feita segundo o método da curva analítica utilizando-se a razão entre as áreas do analito e do padrão interno apropriado, em função da concentração do analito, e as concentrações foram reportadas em $\mu\text{g L}^{-1}$.

1.1.6 Esteróis

As amostras de água coletadas nas estações foram submetidas a um processo de extração líquido-líquido, conforme recomendado pela USEPA 3510c, um *cleanup* segunda a USEPA 3630c e analisadas pela técnica de cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (GC-MS), conforme sugerido pelo protocolo USEPA 8270d.

A metodologia de preparo de amostras para análise dos esteróis consiste em um processo de extração líquido-líquido com diclorometano (3 h/amostra), em que são utilizados 800 mL da amostra de água, seguida de uma rotaevaporação (30 minutos/amostra) e secagem do extrato em nitrogênio (5 minutos/amostra). O resíduo é solubilizado em n-hexano, passa por uma coluna de vidro com sílica e alumina, eluindo-se com acetato de etila, sendo a terceira fração recolhida, seguida de rotoevaporação (30 minutos/amostra) e secagem com nitrogênio (5 minutos/por amostra). Adiciona-se padrão interno e derivatizante (BSTFA:TMS) levando à estufa (70 °C) por uma hora e meia, seguida de secagem com nitrogênio e solubilização com n-hexano para a análise cromatográfica. O processo de extração dura em média 2 dias, e a análise cromatográfica dos 11 analitos, um padrão interno e um surrogate, tem um tempo de eluição de uma hora por amostra, onde as áreas de cada pico são checadas manualmente.

A análise quantitativa é feita segundo o método da curva analítica utilizando-se a razão entre as áreas do analito e do padrão interno apropriado, em função da concentração do analito, e as concentrações foram reportadas em $\mu\text{g L}^{-1}$.

1.1.7 Fenóis

As amostras de água coletadas nas estações foram submetidas a um processo de extração líquido-líquido, conforme recomendado pela USEPA 3510c, um *cleanup* segunda a USEPA 3630A e analisadas pela técnica de cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (GC-MS), conforme sugerido pelo protocolo USEPA 8041A .

A metodologia de preparo de amostras para análise dos fenóis consiste em um processo de extração líquido-líquido com diclorometano (3 h/amostra), em que são utilizados 800 mL da amostra de água, seguida de uma rotaevaporação (30 minutos/amostra) e secagem do extrato em nitrogênio (5 minutos/amostra). O resíduo é solubilizado em n-hexano, passa por uma coluna de vidro com sílica, eluindo-se com três porções diferentes de tolueno em n-hexano e uma porção 2-propanol em tolueno, sendo as quatro frações reunida e secas por de rotoevaporação (30 minutos/amostra) e nitrogênio (5 minutos/amostra). Adiciona-se padrão interno e derivatizante (BSTFA:TMS) levando à estufa (70 °C) por uma hora e meia, seguida de secagem com nitrogênio e solubilização com n-hexano para a análise cromatográfica. O processo de extração dura em média 2 dias, e a análise cromatográfica dos 22 analitos, dois padrões internos e um surrogate, tem um tempo de eluição de uma hora por amostra, onde as áreas de cada pico são checadas manualmente.

A análise quantitativa é feita segundo o método da curva analítica utilizando-se a razão entre as áreas do analito e do padrão interno apropriado, em função da concentração do analito, e as concentrações foram reportadas em $\mu\text{g L}^{-1}$.

1.2 ORGÂNICOS EM SEDIMENTO

1.2.1 Éter-aminas e aminas

As amostras de sedimento coletadas nas estações foram submetidas a um processo de extração em fase sólida e analisadas, pela técnica de cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (GC-MS), conforme recomendado pelo termo de Referência 4 (TR4).

A metodologia de preparo de amostras para análise das aminas aromáticas e éter-aminas em sedimentos consiste em um processo de extração por ultrassom seguida de centrifugação (3 horas por amostra). O extrato é rotaevaporado (30 minutos/amostra) e seco com nitrogênio por 10 minutos. O resíduo é solubilizado com acetato de etila e submetido à análise cromatográfica, utilizando um padrão interno. O processo de extração dura em média 2 dias e a análise cromatográfica dos 5 analitos, um padrão interno e um surrogate, tem um tempo de eluição de uma hora por amostra.

A análise quantitativa é feita segundo o método da curva analítica utilizando-se a razão entre as áreas do analito e do padrão interno apropriado, em função da concentração do analito, e as concentrações foram reportadas em $\mu\text{g kg}^{-1}$.

1.2.2 Bifenilos policlorados – PCBs

As amostras de sedimentos coletadas nas estações, previamente liofilizadas, foram submetidas a um processo de extração Soxhlet, a um cleanup conforme recomendado pela (UNEP,1992), e analisadas pela técnica de cromatografia gasosa acoplada a um detector de captura de elétrons (GC-ECD), conforme sugerido pela USEPA 8082A.

A metodologia para análise de PCBs baseou-se em um processo de extração Soxhlet com diclorometano e n-hexano (8 h/amostra), em que são utilizados 10 g da amostra liofilizada de sedimento, acrescido de 2 g de cobre, seguida de uma rotaevaporação (30 minutos/amostra) e secagem do extrato em nitrogênio (5 minutos/amostra). O resíduo é solubilizado em n-hexano, passa por uma coluna de vidro com alumina, eluindo-se com mistura de n-hexano e diclorometano, seguida de rotoevaporação (30 minutos/amostra), secagem em nitrogênio (5 minutos/amostra) e solubilização com n-hexano para a análise cromatográfica. O processo de extração dura em média 2 dias e a análise cromatográfica dos 7 analitos, um padrão interno e dois surrogates, tem um tempo de eluição de duas horas por amostra. O tratamento de dados requer a conferência manual da integração de cada um dos picos.

A análise quantitativa é feita segundo o método da curva analítica utilizando-se a razão entre as áreas do analito e do padrão interno apropriado, em função da concentração do analito, e as concentrações foram reportadas em $\mu\text{g kg}^{-1}$.

1.2.3 Pesticidas

As amostras de sedimentos coletadas nas estações, previamente liofilizadas, foram submetidas a um processo de extração Soxhlet, a um cleanup conforme recomendado pela (UNEP,1992), e analisadas pela técnica de cromatografia gasosa acoplada a um detector de captura de elétrons (GC-ECD), conforme sugerido pela USEPA 8081B.

A metodologia para análise de pesticidas baseou-se em um processo de extração Soxhlet com diclorometano e n-hexano (8 h/amostra), em que são utilizados 10 g da amostra liofilizada de sedimento, acrescido de 2 g de cobre, seguida de uma rotaevaporação (30 minutos/amostra) e secagem do extrato em nitrogênio (5 minutos/amostra). O resíduo é solubilizado em n-hexano, passa por uma coluna de vidro com alumina, eluindo-se com mistura de n-hexano e diclorometano, seguida de rotoevaporação (30 minutos/amostra) e solubilização com n-hexano para a análise cromatográfica. O processo de extração dura em média 2 dias e a análise cromatográfica dos 11 analitos, um padrão interno e dois surrogates, tem um tempo de eluição de duas horas por amostra. O tratamento de dados requer a conferência manual da integração de cada um dos picos.

A análise quantitativa é feita segundo o método da curva analítica utilizando-se a razão entre as áreas do analito e do padrão interno apropriado, em função da concentração do analito, e as concentrações foram reportadas em $\mu\text{g kg}^{-1}$.

1.2.4 Hidrocarbonetos policíclicos aromáticos – HPAs

As amostras de sedimentos coletadas nas estações, previamente liofilizadas, foram submetidas a um processo de extração Soxhlet conforme recomendado pela USEPA 3540c, a um *cleanup* segundo a USEPA 3630C e analisadas pela técnica de cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massas (GC-MS), conforme sugerido pelo protocolo USEPA 8270D.

A metodologia para análise de HPA baseou-se em um processo de extração Soxhlet com diclorometano (8 h/amostra), são utilizados 10 g da amostra liofilizada de sedimento, acrescido de 2 g de cobre, seguida de uma rotaevaporação (30 minutos/amostra) e secagem do extrato em nitrogênio (5 minutos/amostra). O resíduo foi solubilizado em n-hexano, passando por uma coluna de vidro com sílica e alumina, eluindo-se com mistura de n-hexano e diclorometano (segunda fração coletada), seguida de rotoevaporação (30 minutos / amostra) e solubilização com n-hexano para a análise cromatográfica. O processo de extração dura em média 2 dias e a análise cromatográfica dos 16 analitos, os seis padrões internos e um surrogate, tem um tempo de eluição de uma hora por amostra, onde as áreas de cada pico são quantificadas manualmente.

A análise quantitativa é feita segundo o método da curva analítica utilizando-se a razão entre as áreas do analito e do padrão interno apropriado, em função da concentração do analito, e os resultados são reportados em $\mu\text{g kg}^{-1}$.

1.2.5 Hidrocarbonetos alifáticos

As amostras de sedimentos coletadas nas estações, previamente liofilizadas, foram submetidas a um processo de extração Soxhlet conforme recomendado pela USEPA 3540C, a um *cleanup* segundo a USEPA 3630C e analisadas pela técnica de cromatografia gasosa acoplada a um detector de ionização por chamas (GC-FID), conforme sugerido pelo protocolo USEPA 8270D.

A metodologia para análise de Hidrocarbonetos alifáticos baseou-se em um processo de extração Soxhlet com diclorometano (8 h/amostra), são utilizados 10 g da amostra liofilizada de sedimento, acrescido de 2 g de cobre, seguida de uma rotaevaporação (30 minutos/amostra) e secagem do extrato em nitrogênio (5 minutos/amostra). O resíduo foi solubilizado em n-hexano, passando por uma coluna de vidro com sílica e alumina, eluindo-se com n-hexano (primeira fração coletada), seguida de rotoevaporação (30 minutos/amostra) e solubilização com n-hexano para a análise cromatográfica. O processo de extração durou em média 2 dias. Procedeu-se a análise cromatográfica dos 34 analitos, o padrão interno e três surrogates, em um tempo de eluição de uma hora por amostra, onde as áreas de cada pico foram quantificadas manualmente.

A análise quantitativa foi feita segundo o método da curva analítica utilizando-se a razão entre as áreas do analito e do padrão interno, em função da concentração do analito, e os resultados foram reportados em mg kg^{-1} .

1.2.6 Esteróis

As amostras de sedimentos coletadas nas estações, previamente liofilizadas, foram submetidas a um processo de extração Soxhlet conforme recomendado pela USEPA 3540C, a um *cleanup* segundo a USEPA 3630c e analisadas pela técnica de cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massas (GC-MS), conforme sugerido pelo protocolo USEPA 8270D.

A metodologia para análise de esteróis baseou-se em um processo de extração Soxhlet com diclorometano (8 h/amostra), são utilizados 10 g da amostra liofilizada de sedimento, acrescido de 2 g de cobre, seguida de uma rotaevaporação (30 minutos/amostra) e secagem do extrato em nitrogênio (5 minutos/amostra). O resíduo é solubilizado em n-hexano, passa por uma coluna de vidro com sílica e alumina, eluindo-se com acetato de etila, sendo a terceira fração recolhida, seguida de rotoevaporação (30 minutos/amostra). Adiciona-se padrão interno e derivatizante (BSTFA:TMS) levando à estufa (70 °C) por uma hora e meia, seguida de secagem com nitrogênio e solubilização com n-hexano para a análise cromatográfica. O processo de extração dura em média 2 dias, e a análise cromatográfica dos 11 analitos, um padrão interno e um surrogate, tem um tempo de eluição de uma hora por amostra, onde as áreas de cada pico são checadas manualmente.

A análise quantitativa é feita segundo o método da curva analítica utilizando-se a razão entre as áreas do analito e do padrão interno apropriado, em função da concentração do analito, e as concentrações foram reportadas em $\mu\text{g kg}^{-1}$.

1.2.7 Fenóis

As amostras de sedimentos coletadas nas estações serão submetidas a um processo de Head Space, conforme recomendado pela USEPA 5021A, e analisadas pela técnica de cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (GC-MS), conforme sugerido pelo protocolo USEPA 8041A.

A análise quantitativa é feita segundo o método da curva analítica utilizando-se a razão entre as áreas do analito e do padrão interno apropriado, em função da concentração do analito, e as concentrações foram reportadas em mg kg^{-1} .