

**Programa de Monitoramento da Biodiversidade Aquática da  
Área Ambiental I – Porção Capixaba do Rio Doce e Região  
Marinha e Costeira Adjacente**

**A3DAQS3 – Material Suplementar 3**

**Anexo 3 – Dulcícola/Análise Química/Metais**

**RT-39 RRDM/FEV 22  
RA2021 PMBA/Fest-RRDM**

Vitória,  
Fevereiro de 2022

## 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 ( $\text{HNO}_3$  e  $\text{HCl}$ ) 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 ( $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{HF}$  e  $\text{H}_2\text{O}_2$ ), seguida de uma neutralização do  $\text{HF}$  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<sup>-1</sup>, 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 (HNO<sub>3</sub>, HCl, HF e H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>), 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 (HNO<sub>3</sub>, HCl, e H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>), 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<sup>-1</sup>, 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  $1 \text{ mol L}^{-1}$ , 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  $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$   $0,04 \text{ mol L}^{-1}$ , com 25% de ácido acético, sob agitação esporádica por seis horas à temperatura de  $96^\circ\text{C}$ , 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  $\text{HNO}_3$   $0,2 \text{ mol L}^{-1}$  e  $\text{H}_2\text{O}_2$  30 volumes, sob agitação esporádica por duas horas à temperatura de  $85^\circ\text{C}$ ; nova adição de  $\text{H}_2\text{O}_2$  30 volumes, sob agitação esporádica por três horas à temperatura de  $85^\circ\text{C}$ ; após resfriamento, adição de acetato de amônio  $3,2 \text{ mol L}^{-1}$ , em 20 % de  $\text{HNO}_3$ , seguida de agitação contínua por trinta minutos à temperatura ambiente, seguida de uma filtração e análise do filtrado.