

Método de referência EPA TO -15 - Determinação de Compostos Orgânicos Voláteis no Ar, Coletados em Canisters Especialmente Preparados e Analisados por Cromatografia de Gás / Espectrometria de Massas (GC/MS)



Os canisters podem ser utilizados para amostragem de ar ambiente, gases de poços de monitoramento de contaminação do solo e também adaptado para outras amostragens. Permitem amostragens instantâneas ou por períodos de 2 horas até uma semana numa única coleta.

Vantagens:

O uso de canisters oferece algumas vantagens sobre outros métodos de coleta de ar/gases e análise:

- constitui uma amostra integral do ar/gases com todos os seus componentes originais;
- uma vez no laboratório, permite a obtenção de várias subamostras;
- dispensa o uso de bombas de amostragem;
- permite coletar amostras de ar por intervalos de até 7 dias sem a necessidade de assistência de um técnico; etc.
- A amostra pode ser analisada em até 30 dias para a maioria dos Compostos Orgânicos Voláteis (VOC's) sem perdas importantes.
- Limites de quantificação: 10 ppb para amostras de poços de monitoramento e 1 ppb para ar ambiente.

Desvantagem: a mais importante é o custo elevado uma vez que a preparação do canister e a manipulação para evitar contaminação cruzada é trabalhosa e emprega equipamentos de elevado custo assim como o próprio canister e a execução das análises da amostra.

Preparação do canister préamostragem:

Para assegurar a remoção dos VOC's de amostragem anterior, o canister é submetido a evacuação a cerca de 20 mm de Hg e a temperatura de 150 °C, seguida da pressurização até uma atmosfera com nitrogênio umidificado. O processo é repetido, pelo menos três vezes.

Uma vez concluída a limpeza, o canister é pressurizado com nitrogênio umidificado e em seguida uma amostra é analisada para certificar a ausência de VOC's.

Em seguida o canister é novamente evacuado até cerca de 20 mm de Hg e estará pronto para ser usado na amostragem.

Coleta da amostra:

O canister é levado até o ponto onde se deseja coletar a amostra. Se for desejada uma amostra instantânea, simplesmente remove-se a tampa da entrada de ar, abre-se a válvula e se aguarda até que o manômetro indique uma atmosfera ou seja, indique que foi atingido o equilíbrio com a pressão atmosférica local.

Se for necessária uma amostra por um determinado intervalo, que pode ser de até uma semana, instala-se um acessório controlador de vazão apropriado para o intervalo de coleta desejado.

Análise da amostra:

Ao chegar ao laboratório, o canister é ligado através da válvula a um sistema de pressurização com nitrogênio umidificado e pressurizado até duas atmosferas sob controle de um manômetro de precisão, uma vez que a diluição provocada da amostra será levada em conta na obtenção dos resultados da análise.

Em seguida o canister é ligado a um tubo de adsorção e um medidor eletrônico de vazão. Um volume apropriado é passado através do tubo adsorvedor que concentrará os VOC's.

O tubo adsorvedor é removido, instalado no sistema analítico constituído de um aparelho de dessorção por aquecimento e de um cromatógrafo de gás com detector espectrométrico de massas.

O sistema analítico realiza a remoção da umidade retida no tubo de adsorção, aquece e injeta os vapores e gases no cromatógrafo.



Resumo do método

Técnica: Cromatografia de gás com detector espectrométrico de massas (GC/MS)

Meio de amostragem: Canister de 6 litros com ou sem controlador de vazão

Nota: no laboratório parte da amostra é transferida para tubo adsorvente de múltiplas camadas para análise por dessorção térmica e GC/MS

Vazão de amostragem: variável de acordo com o intervalo de amostragem desejado

Volume de ar amostrado: 6 litros. O tempo de coleta pode ser estendido por qualquer intervalo de alguns minutos até 7 dias

Acondicionamento da amostra: evitar contato com as conexões de entrada do canister ou acessórios que possam transferir contaminantes para a amostra. Acondicionar o canister protegido contra impactos.

Estabilidade da amostra: a análise em prazo de até 30 dias tem apresentado recuperação apropriada para a maioria dos VOC's

Limites de quantificação: 10 ppb para amostras de poços de monitoramento e 1 ppb para ar ambiente.

Controle da qualidade:

São realizadas as seguintes análises como controle da qualidade:

- calibração com 3 padrões e um branco (não é mencionado no Relatório, mas ficará disponível para consultas)
- análise diária de um padrão de limite de quantificação
- análise diária de um padrão de verificação para confirmação da continuidade da calibração
- análise de uma amostra padrão (tubo múltiplas camadas fortificado)
- um branco de laboratório (tubo múltiplas camadas)
- branco de campo: não aplicável
- branco de viagem: não aplicável
- os canisters recebem tratamento de limpeza para remoção de VOC de amostragem anterior de acordo com o método e analisados em 10% do lote para confirmar a descontaminação. Para análise de 100% do lote para demonstrar a descontaminação, favor contatar-nos.

Na tabela que segue estão os VOC's disponíveis para análise em nosso laboratório e outros que poderão ser analisados sob consulta.

COMPOSTOS ORGANICOS ANALISADOS POR ESTE MÉTODO

Os compostos assinalados com (*) estão disponíveis para análise em nosso laboratório. Os demais poderão ser analisados sob consulta.

Substancia	N° CAS
Acetaldeído (*)	75-07-0
Acetato de vinila (*)	108-05-4
Acetofenona (*)	98-86-2
Acetonitrila (*)	75-05-8
Ácido acrílico (*)	79-10-7
Ácido cloroacético	79-11-8
Acrilamida (*)	79-06-1
Acrilato de etila (*)	140-88-5
Acrlonitrila (*)	107-13-1
Acroleína (*)	107-02-8
Anilina (*)	62-53-3
Benzeno (*)	71-43-2
Beta-Propiolactona	57-57-8
Bis (2-cloroetil) éter	111-44-4
Bis (clorometil) éter	542-88-1
Brometo de metila (*)	74-83-9
Brometo de vinila	593-60-2
Bromofórmio (*)	75-25-2
1,3-butadieno (*)	106-99-0
Carbamato de etila (uretano)	51-79-6
Catecol	120-80-9
Cis-1,3-dicloropropeno	542-75-6
Cloreto de benzila (*)	100-44-7
Cloreto de dimetilcarbamil	79-44-7
Cloreto de etila (*)	75-00-3
Cloreto de metila (*)	74-87-3
Cloreto de metileno (*)	75-09-2
Cloreto de vinila (*)	75-01-4
Clorobenzeno (*)	108-90-7
Clorofórmio (*)	67-66-3
Cloropreno	126-99-8
3-cloropropeno (*)	107-05-1
Cresol (mistura de isômeros) (*)	1319-77-3
Cumeno (*)	98-82-8
Diazometano	334-88-3
1,2-Dibromo-3-cloropropano (*)	96-12-8
1,2-dibromoetano (*)	106-93-4
1,2-diclorobenzeno (*)	95-50-1
1,4-diclorobenzeno (*)	106-46-7
1,1-dicloroetano (*)	75-34-3
1,2-dicloroetano (*)	107-06-2
Cis-1,2-dicloroetano (*)	156-59-2
1,1-dicloroetileno (*)	75-35-4
1,2 dicloropropano (*)	78-87-5
Cis-1,3-dicloropropeno	542-75-6
Trans-1,3-dicloropropeno	542-75-6
1,1-dimetil hidrazina	57-14-7
Dimetil sulfato	77-78-1
1,4-Dioxano (*)	123-91-1
Dissulfeto de carbono (*)	75-15-0
Epicloridrina (*)	106-89-8

Substancia	N° CAS
Estireno (*)	100-42-5
Etilbenzeno (*)	100-41-4
Etilenoimina	151-56-4
Fenol (*)	108-95-2
Formaldeído (*)	50-00-0
Fosgênio	75-44-5
Hexaclorobutadieno (*)	87-68-3
Hexacloroetano (*)	67-72-1
Hexano (*)	110-54-3
Metil isocianato	624-83-9
Metanol (*)	67-56-1
Metil isobutil cetona (hexona) (*)	108-10-1
Metil-etil-cetona (*)	78-93-3
Metilhidrazina	60-34-4
Metil-terc-butil éter (*)	1634-04-4
m-xileno (*)	108-38-3
N, N-dimetilanilina (*)	121-69-7
N, N-dimetilformamida	68-12-2
Nitrobenzeno (*)	98-95-3
N-nitrosodimetilamina	62-75-9
N-Nitrosomorfolina	59-89-2
N-Nitroso-n-metil tiureia	684-93-5
2 nitropropano	79-46-9
o-Cresol (*)	95-48-7
Óxido de 1,2-butileno	106-88-7
Oxido de etileno (*)	75-21-8
Propionaldeído	123-38-6
1,2-propilenoimina	75-55-8
p-xileno (*)	106-42-3
Sulfato etílico	64-67-5
Sulfeto de Carbonila	463-58-1
1,3-propano sultona	1120-71-4
Tetracloroetileno (*)	127-18-4
1,1,2,2-tetracloroetano (*)	79-34-5
Tolueno (*)	108-88-3
1,1,2-tricloroetano (*)	79-00-5
1,2,4-triclorobenzeno (*)	120-82-1
1,1,2-tricloroetano (*)	79-00-5
1,1,1-Tricloroetano (*)	71-55-6
Tricloroetileno (*)	79-01-6
Triclorofluorometano	75-69-4
1,1,2-tricloro-1,2,2-trifluoroetano(*)	76-13-1
Trietilamina (*)	121-44-8
1,2,3-trimetilbenzeno (*)	526-73-8
1,2,4-trimetilbenzeno (*)	95-63-6
1,3,5-trimetilbenzeno (*)	108-67-8
2,2,4-trimetil pentano	540-84-1
Xilenos (isômeros e misturas) (*)	1330-20-7

Elaborado por Santiago - versão 10 de Agosto de 2011