

Determinação de BTEX em efluentes por P&T-GC-PID/FID

Elissandro S. Emídio (IC)¹, Alain Gaujac (PG)², Sandro Navickiene (PQ)¹, Haroldo S. Dórea (PQ)^{1*}

¹ Laboratório de Análise de Compostos Orgânicos Poluentes (LCP). Departamento de Química. Universidade Federal de Sergipe. Av. Marechal Rondon, s/n. Jardim Rosa Elze. São Cristóvão-SE. Tel: (079) 3212-6654.

² Escola Agrotécnica Federal de São Cristóvão, BR 101, Km 96, Povoado Quissamã, 49100-000, São Cristóvão-SE

* hdorea@ufs.br

Palavras Chave: BTEX, Purge & Trap, Água.

Introdução

Os voláteis da classe BTEX são perigosamente cancerígenos e neurotóxicos, sendo classificados como poluentes prioritários pela agência americana de proteção ambiental, EPA. Estão presentes como contaminantes do meio ambiente devido a vazamentos de petróleo e derivados. O método *purge & trap* é empregado na extração de voláteis em matrizes aquosas por meio de um fluxo constante de gás hélio. Os analitos são carregados (purga), passam para a fase gasosa e, a seguir, ficam aprisionados em um material adsorvente, ou *trap*. Sob aquecimento, os analitos são carregados pelo gás de arraste até o injetor do equipamento analítico. É o método padrão de preparação de amostras contendo BTEX, segundo a U.S. Environmental Protection Agency¹.

Este trabalho propôs um método para quantificar BTEX em amostras de efluentes coletados no estado de Sergipe, por meio da técnica *Purge & Trap* associada a cromatografia gasosa.

Resultados e Discussão

Inicialmente, foi realizada a otimização dos parâmetros para análise em cromatógrafo (Shimadzu, modelo 17A), que foram fixados em: injetor split/splitless no modo splitless, temperatura do injetor (180°C), coluna DB-624 (75m x 0,53 mm x 3 µm), gás de arraste (hélio a 99,995%), fluxo na coluna (10 mL/min), programação de temperatura da coluna (início a 30°C durante 1 min, taxa de crescimento de 5°C/min até 100°C e taxa de crescimento de 8°C/min até 220°C), detectores PID-FID na temperatura de 220°C.

As extrações foram efetuadas com o auxílio de equipamento *Purge & Trap* da Tekmar, modelo Velocity, com tempo de purga de 11 min, temperatura da purga igual a 26°C. Foi utilizado hélio de alta pureza como gás de arraste com fluxo 40 mL/min. Na dessorção empregou-se temperatura de 180°C, tempo de 4 min e hélio de alta pureza com fluxo de 8 mL/min. A temperatura da linha de transferência foi de 100°C, e de limpeza térmica (Bake) de 200°C com tempo de 5 min e fluxo de hélio igual a 50 mL/min.

A curva analítica foi preparada com soluções de padrão de BTEX nas concentrações de 1, 5, 10, 25,

50 e 100 µg/L e apresentou coeficientes de correlação acima de 0,9998 para todos os compostos. O estudo de recuperação de BTEX de amostras fortificadas foi realizado em triplicata, em dois níveis de concentração. A 4 µg/L, os valores médios de recuperação e RSD foram, respectivamente: benzeno (127,38% e 14,5%), tolueno (138,59% e 10,1%), etilbenzeno (107,93% e 11,9%), (*m+p*)-xilenos (113,91% e 19,7%) e *o*-xileno (105,49% e 10,3%). No nível de 40 µg/L: benzeno (104,29% e 1,66%), tolueno (103,93% e 3,47%), etilbenzeno (100,96% e 1,24%), (*m+p*)-xilenos (101,59% e 1,74%), *o*-xileno (99,86% e 1,87%).

As amostras de água foram coletadas em tanque contendo efluentes a serem descartados em alto mar através de emissários. As análises foram realizadas em duplicata e apresentaram os resultados apresentados na tabela 1.

Tabela 1. Resultados das análises de efluentes

Analitos	LD* (µg/L)	Limites Legais/ CONAMA (µg/L)	Efluentes (µg/L)	
			(1)	(2)
Benzeno	0,12	700	55,8	68,9
Tolueno	0,05	215	30,3	34,2
Etilbenzeno	0,10	25	3,3	3,7
<i>m,p</i> -Xileno	0,06	-	7,9	8,5
<i>o</i> -Xileno	0,06	-	4,8	4,9

* LD – Limite de detecção

Conclusões

O método proposto oferece boa precisão (RSD<20%), excelente linearidade entre 1 e 100 µg/L e recuperações entre 100,96-138,59%. As amostras analisadas apresentaram BTEX em níveis inferiores ao estabelecido pela resolução 357 de 17 de março de 2005 do CONAMA.

Agradecimentos

CENPES/PETROBRAS

¹ American Public Health Association, *Standards Methods for the Examination of Water and Wastewater*. 19° ed., United Book Press, Inc., Baltimore, 1995.