

04-D.2.8 ANÁLISE DE ÓLEOS CONTENDO PCBs : PURIFICAÇÃO ANTERIOR À ANÁLISE CROMATOGRÁFICA. Aerov
valdo Del'Acqua, María Lúcia Ribeiro e María Helena Iha (Instituto de Química - UNESP)

A presença de bifenilas policloradas (PCBs) em líquidos empregados como dielétricos isolantes e refrigerantes em condensadores e transformadores elétricos vem sendo estudada com mais frequência no país desde o ano passado. A metodologia empregada se assemelha à utilizada na análise de resíduos de pesticidas organoclorados em alimentos ricos em gordura dada a semelhança de propriedades físicas e químicas entre essas duas classes de compostos e também pela natureza das frizes em que se encontram. A diferença estrutural entre as gorduras animais ou vegetais e o óleo mineral leva a resultados diferentes quando as tradicionais técnicas de limpeza de extratos (clean-up) são aplicadas em amostras de óleos dielétricos. A retirada quase completa de ésteres das amostras de origem animal ou vegetal não acontece quando o óleo mineral (hidrocarbonetos) é passado por uma coluna com adsorvente, submetido à ação do ácido sulfúrico ou extraído com acetonitrila-hexano. É preciso pois, antes da injeção no cromatógrafo a gás que se tenha em conta que grande quantidade de hidrocarbonetos ainda estão presentes.

Empregando-se uma coluna com 2 g de florisil para purificar 0,1 g de óleo mineral constatou-se que 74% do óleo não foi absorvido utilizando-se hexano como eluente. Nas mesmas condições apenas 20% de óleo vegetal passaria pela coluna.

O método de limpeza por ácido sulfúrico mostrou-se ainda menos eficiente, o que era esperado, pois, alcanos não se dissolvem no ácido, ao contrário de gorduras, devido à presença de grupos funcionais éster e insaturação na cadeia carbônica. Neste caso 88% do óleo passou incólume para a solução hexânica.

Recorrendo-se à técnica de partição com acetonitrila-hexano foram obtidos os melhores resultados, chegando-se a resíduo de óleo inferior a 5%.

05-D.2.8 POLUENTES ATMOSFÉRICOS NA SERRA DO MAR - CUBATÃO - COMPARAÇÃO ENTRE OS NÍVEIS DE 1987 E 1985. Claudio Darwin Alonso, Jesuino Romano, María Helena R.B. Martins, Mario Negrini, Hilton Barbosa, Carlos Roberto Sachi e Mateus Sales dos Santos (CETESB - Cia. de Tecnologia de Saneamento Ambiental)

A CETESB iniciou em 1983 um programa de controle de fontes em Cubatão e para acompanhar as alterações da qualidade do ar decorrentes desse programa, foi realizado estudo em 1985, que se repetiu em 1987. Este último estudo foi realizado em 4 postos de medição a saber: Vale do Mogi "Sopé da Serra (SS) e Paranapiacaba (PA)" e Caminho do Mar - Estrada Velha "Rancho da Maioridade (RM) e SABESP (SB)". Nestes locais foram instalados medidores de taxa de poeira sedimentável (PS) e taxa dos gases de amônia, fluoreto, óxidos de nitrogênio e sulfatação, bem como para a medição da concentração de fluoretos sólidos e gasosos. Na maioria dos poluentes estudados o Sopé da Serra no Vale do Mogi apresenta os maiores valores observados e que são: PS = 18,42 TON/Km²/30 dias; taxa de amônia = 3,58 mg/100cm²/30 dias; taxa de fluoreto = 1038µg/100cm²/30 dias; concentração de fluoretos sólidos = 0,41µg/m³ e gasosos 2,38µg/m³. A estação SABESP apresentou a maior taxa de sulfatação = 0,93 mg SO₃/100cm²/30 dias e no Rancho da Maioridade, a maior taxa de NOx = 523µg NO₂/100cm²/30 dias. As reduções observadas em 1987 em relação a 1985 no Vale do Mogi foram: a) taxa de gases: amônia = 50%; fluoretos = 49%, b) concentração de fluoretos: sólidos = 50% e gasosos = 50%.

06-D.2.8 TEORES DE PARTÍCULAS INALÁVEIS NA ATMOSFERA DA REGIÃO DA GRANDE SÃO PAULO: Claudio Darwin Alonso, Jesuino Romano, María Helena Ribeiro de B. Martins, Carlos Roberto Sachi e Igino Pereira - (CETESB - Cia. de Tecnologia de Saneamento Ambiental)

Em 1986 a CETESB iniciou um estudo pioneiro afim de melhor conhecer as características físicas dos aerossóis quanto ao tamanho das partículas na Região da Grande São Paulo, principalmente no que se refere a partículas inaláveis (<10µm-PI). A quantificação destas partículas se faz importante uma vez que apresentam efeitos prejudiciais à saúde da população. Foram ainda estudados dois subgrupos destas partículas, as menores que 2,5µm (partículas finas-PF) que penetram profundamente nos pulmões e as partículas de 2,5 a 10µm (partículas grossas-PG) que se distribuem preferencialmente no trato respiratório superior. Para o estudo foram instalados um amostrador de grandes volumes que amostra poeira total em suspensão (PTS) e um amostrador dicotômico com entrada seletiva de 10µm e posterior separação por impactação virtual, de PF e PG, em cada uma das seguintes estações: Osasco, Ibirapuera, São Caetano do Sul e Parque D. Pedro. Foram executadas amostragens de 24hs. com operação simultânea de todos os aparelhos e frequência de 6 dias durante o período de novembro de 1986 a outubro de 1987. A seguir são apresentadas as médias aritméticas anuais de PF, PG e PI e a média geométrica anual para PTS em µg/m³ sendo que o número entre parênteses representa a porcentagem de ultrapassagens do padrão diário: IBIRAPUERA PF = 28*; PG = 18*; PI = 45*(2); PTS = 69*(4). SÃO CAETANO DO SUL PF = 44*; PG = 41; PI = 86*(5); PTS = 175(29). OSASCO PF = 36*; PG = 26; PI = 62(4); PTS = 124(6). PARQUE D.PEDRO PF = 50*; PG = 30; PI = 79(9); PTS = 142(12). O padrão nacional para PTS é 80µg/m³ (média geométrica anual) e o padrão de 24hs. é de 240µg/m³. Como não existem padrões nacionais para PI, os dados gerados foram comparados com os padrões americanos que são de 50µg/m³ (média aritmética anual) e 150µg/m³ (diário). Observou-se também um aumento considerável de todos os tipos de particulados coletados no período de inverno, sendo que nos parâmetros assinalados com * foi detectada sazonalidade através de testes estatísticos. (PROCOP)

07-D.2.8 DETERMINAÇÃO DE CÉSIO-137 EM AMOSTRAS DE ÁGUA. Lucy Sakai (Instituto de Química da Universidade de São Paulo - USP) e Ieda Irma Lamas Cunha (Divisão de Radioquímica do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - CNEN/SP).

Neste trabalho estabeleceu-se um método radioquímico que permite a determinação de césio-137

em amostras de água. Esta análise é bastante difícil e os seus problemas estão relacionados com a baixa atividade com que este radioisótopo está presente nas amostras ambientais e com os limites de detecção estabelecidos pelos equipamentos de contagem. Portanto, grandes quantidades de amostras devem ser preconcentradas. O método escolhido para este fim foi o da troca iônica e o trocador inorgânico selecionado foi o fosfomolibdato de amônio (AMP). Para a obtenção do AMP em uma estrutura compatível com o seu uso em colunas cromatográficas, foi feita a síntese do mesmo em resina macrorreticular, Amberlite IRA-900. A seguir, realizaram-se experimentos de caracterização do composto e determinação de sua capacidade de troca. Foram definidas as condições de retenção e eluição do céσιο neste trocador, tendo sido estudados vários fatores que podem interferir na análise do céσιο, como, volume, acidez e vazão da solução carga, escolha do agente eluente e quantidade de trocador. Após o estabelecimento do procedimento de análise de céσιο, fez-se a aplicação do trocador AMP/IRA-900 na determinação de céσιο-137 presente em amostras de água. (FAPESP).

08-D.2.8 APLICAÇÃO DO TESTE DE AMES NA AVALIAÇÃO DA MUTAGENICIDADE DE MATERIAL PARTICULADO DE AR - RESULTADOS PRELIMINARES. Gisela U. Valent; Maria Inês Z. Sato; M. Cristina S. Coelho; Carlos A. Coimbra; Petra S. Sanchez (Gerência de Análises Microbiológicas da Companhia de Tecnologia de Saneamento Ambiental) e Claudio Alonso (Divisão de Amostragem e Análise de Ar da Companhia de Tecnologia de Saneamento Ambiental).

A avaliação de compostos com atividade mutagênica na atmosfera é atualmente de grande importância devido ao papel que os mutágenos tem nos passos de iniciação, promoção e progressão dos processos cancerígenos. Com o objetivo de implantar metodologias adequadas de extração de compostos orgânicos mutagênicos, possivelmente presentes no ar, 18 amostras de material particulado foram analisadas. Volumes de 2000 m³ de ar foram coletados em filtros de fibra de vidro em amostradores de ar para grandes volumes (HI-VOL) por 24 horas. Os filtros foram submetidos à extração orgânica por ultrassonicação com 100 mL de mistura 1:1 de metanol e diclorometano. Os extratos foram filtrados em membrana de fibra de vidro (AP20), evaporados à vácuo e secos completamente em fluxo de nitrogênio gasoso. Após avaliação do peso seco do material extraído, o mesmo foi ressuspenso em Dimetil sulfoxido (DMSO) e submetido ao Teste de Ames - (Salmonella Mammalian Microsome Mutagenicity Assay), frente as cepas TA 98 e TA 100, segundo método de incorporação em placa.¹ Os resultados preliminares obtidos demonstraram que a metodologia de extração e análise utilizadas foram eficientes na detecção de atividade mutagênica em amostras de material particulado (ar), podendo o Teste de Ames se constituir em um instrumento complementar de importância na avaliação da qualidade do ar. (SEMA/CETESB).

¹ MARON, D.M. & B.N. AMES, Mutat. Res., 173 (1983).

09-D.2.8 CARACTERIZAÇÃO DE PIGMENTOS TETRAPIRRÓLICOS DO XISTO DE MARAÚ (BAHIA). Sérgio de Paula Machado e Maria Inês Chicarelli (Departamento de Química Orgânica, Instituto de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro).

A área de Geoquímica Orgânica tem suas origens ligadas aos trabalhos de Alfred Treibs, que no começo da década de trinta propôs uma ligação entre deoxifiloretroetioporfirina de sedimentos e petróleo, e clorofila a, através de etapas diagenéticas de transformação. Até o presente, a maioria das investigações tem sido direcionadas ao estudo de porfirinas, todavia ainda há uma falta de conhecimento detalhado das etapas diagenéticas possivelmente envolvidas na formação destes pigmentos. Numa tentativa de estender tal conhecimento, iniciamos o estudo detalhado dos pigmentos tetrapirrólicos em sedimentos imaturos brasileiros. O primeiro sedimento selecionado foi o xisto de Maraú (conhecido como Maraúito). Este xisto foi depositado sob condições lacustres, provavelmente durante o Mioceno, e é constituído principalmente por colônias fósseis de algas Botryococcus braunii e por tecidos de vegetais inferiores e superiores. Os extratos orgânicos obtidos deste xisto foram analisados por cromatografia em camada fina e espectrofotometria no ultravioleta-visível. As características dos espectros sugerem a presença de pigmentos tetrapirrólicos (principalmente clorinas e piroclorinas) como constituintes principais, bem como a possível presença de pequenas concentrações de porfirinas. O isolamento e caracterização de componentes individuais por cromatografia líquida de alta eficiência, espectrometria de massas e ressonância magnética nuclear permitirá a identificação de intermediários diagenéticos de transformação, o que contribuirá para um melhor entendimento das etapas diagenéticas propostas originalmente por A. Treibs.

10-D.2.8 ISÓTOPOS ESTÁVEIS EM SEDIMENTOS DE UM AMBIENTE HIPERSALINO. Regina Célia Leme Santelli (Depto Química Geral e Inorgânica - UFF), Angela de Luca Rebello (Depto de Química - PUC/RJ), Sambasiva Rao Patchineelan (Depto Geoquímica - UFF) e José Aurélio Bonassi (CENA - USP).

A lagoa vermelha é uma lagoa hipersalina situada a 90 Km oeste da cidade do Rio de Janeiro, de região semi-árida onde a taxa de evaporação é grande. Seu fundo é coberto por uma camada algal (verde azulada) de aproximadamente 4cm. A lâmina d'água varia de 0,20m. a 1,70m. Foi tirado um testemunho de sedimento de 94 cm de profundidade, no meio da lagoa. Através da difração de raio X, verificou-se a presença de minerais como a Aragonita, Magnésio Calcita e Dolomita. O conteúdo de carbonato no sedimento varia entre 45 e 95%, e o teor de carbono orgânico entre 2 e 8%.