

## 9 ANEXOS

### 9.1. RESULTADOS DOS ENSAIOS QUÍMICOS PARA OBTENÇÃO DA FAIXA DE TRABALHO

Amostras (mg.l <sup>-1</sup> )	Sinal	Média	Variância
10	5		
10	5		
10	6	<b>5,6</b>	<b>0,3</b>
10	6		
10	6		
50	27		
50	28		
50	29	<b>27,4</b>	<b>1,3</b>
50	27		
50	26		
100	54		
100	56		
100	55	<b>55</b>	<b>0,5</b>
100	55		
100	55		
200	101		
200	102		
200	102	<b>101,8</b>	<b>0,2</b>
200	102		
200	102		
300	139		
300	139		
300	138	<b>138,2</b>	<b>0,7</b>
300	137		
300	138		
400	170		
400	167		
400	168	<b>168</b>	<b>1,5</b>
400	168		
400	167		
500	193		
500	194		
500	194	<b>193,4</b>	<b>0,3</b>
500	193		
500	193		
1000	271		

1000	271		
1000	271	<b>271</b>	<b>0</b>
1000	271		
1000	271		
2000	322		
2000	323		
2000	323	<b>322,6</b>	<b>0,3</b>
2000	323		
2000	322		
3000	345		
3000	343		
3000	343	<b>343</b>	<b>1,5</b>
3000	342		
3000	342		
4000	353		
4000	353		
4000	352	<b>352,6</b>	<b>0,3</b>
4000	353		
4000	352		
5000	359		
5000	360		
5000	360	<b>359,8</b>	<b>0,2</b>
5000	360		
5000	360		
10000	363		
10000	363		
10000	363	<b>362,6</b>	<b>0,3</b>
10000	362		
10000	362		

## 9.2. RESULTADOS DOS ENSAIOS QUÍMICOS PARA OBTENÇÃO DE PRECISÃO

### Repetitividade

Amostra (mg.l <sup>-1</sup> )	Sinal
300	125
	126
	126
	127
	122
	122
	122
	122
	122
	125
DP	2,08

Amostra (mg.l <sup>-1</sup> )	Sinal
300	122
	122
	122
	124
	125
	125
	124
	124
	125
	124
DP	1,5

### Reprodutibilidade

Amostra (mg.l <sup>-1</sup> )	Sinal
300	128
	127
	130
	130
	129
	126
	125
	125
	126
	127
DP	1,89

Amostra (mg.l <sup>-1</sup> )	Sinal
300	125
	126
	127
	124
	123
	124
	125
	126
	125
	123
DP	1,32

### 9.3. RESULTADOS DAS TRIPLICATAS DE ANÁLISES DAS AMOSTRAS REAIS

Quadro 4. Resultados das análises feitas em amostras de areia para determinação da concentração de TPH

Amostra	L (mg.l <sup>-1</sup> )	m (mg)	M (Kg)	V (l)	C (mg.Kg <sup>-1</sup> )
1	122	6,100	0,00501	0,05	1217
	122	6,100	0,00501	0,05	1217
	123	6,150	0,00501	0,05	1227
Média					1220
Desvio Pad					5,759
2	49,7	2,49	0,00501	0,05	495,9
	49,6	2,48	0,00501	0,05	494,9
	49,6	2,48	0,00501	0,05	494,9
Mé-dia					495,2
Desvio Pad					0,576
3	115	5,75	0,00503	0,05	1143
	115,0	5,75	0,00503	0,05	1143
	115,0	5,75	0,00503	0,05	1143
Média					1143
Desvio Pad					0,000
4	100	5,00	0,00501	0,05	997,8
	99,8	4,99	0,00501	0,05	995,8
	99,8	4,99	0,00501	0,05	995,8
Média					996,5
Desvio Pad					1,152
5	206	10,3	0,00503	0,05	2046
	206	10,3	0,00503	0,05	2046
	206	10,3	0,00503	0,05	2046
Média					2046
Desvio Pad					0,000
6	127	6,35	0,00501	0,05	1268
	126	6,30	0,00501	0,05	1258
	127	6,35	0,00501	0,05	1268
Média					1264
Desvio Pad					5,763
7	172	8,60	0,00501	0,05	1717
	173	8,65	0,00501	0,05	1727
	173	8,65	0,00501	0,05	1727
Média					1724
Desvio Pad					5,765
8	84,7	4,24	0,00500	0,05	846,8
	84,5	4,23	0,00500	0,05	844,8
	85,0	4,25	0,00500	0,05	849,8
Média					847,1
Desvio Pad					2,516

9	221	11,1	0,00500	0,05	2210
	221	11,1	0,00500	0,05	2210
	221	11,1	0,00500	0,05	2210
Média					2210
Desvio Pad					0,000
10	196	9,80	0,00501	0,05	1956
	197	9,85	0,00501	0,05	1965
	197	9,85	0,00501	0,05	1965
Média					1962
Desvio Pad					5,760
11	116	5,80	0,00501	0,05	1157
	116	5,80	0,00501	0,05	1157
	115	5,75	0,00501	0,05	1147
Média					1154
Desvio Pad					5,761
12	195	9,75	0,00509	0,05	1916
	196	9,80	0,00509	0,05	1926
	195	9,75	0,00509	0,05	1916
Média					1920
Desvio Pad					5,674
13	90,6	4,53	0,00506	0,05	895,9
	95,0	4,75	0,00506	0,05	939,4
	95,9	4,80	0,00506	0,05	948,3
Média					927,9
Desvio Pad					28,044
14	172	8,60	0,00503	0,05	1709
	172	8,60	0,00503	0,05	1709
	172	8,60	0,00503	0,05	1709
Média					1709
Desvio Pad					0,000
15	135	6,75	0,00506	0,05	1333
	135	6,75	0,00506	0,05	1333
	135	6,75	0,00506	0,05	1333
Média					1333
Desvio Pad					0,000
16	147	7,35	0,00508	0,05	1447
	147	7,35	0,00508	0,05	1447
	146	7,30	0,00508	0,05	1437
Média					1444
Desvio Pad					5,684
17	273	13,7	0,00506	0,05	2697
	273	13,7	0,00506	0,05	2697
	271	13,6	0,00506	0,05	2677
Média					2690
Desvio Pad					11,407
18	127	6,35	0,00504	0,05	1261
	127	6,35	0,00504	0,05	1261
	127	6,35	0,00504	0,05	1261
Média					1261
Desvio Pad					0,000

19	189	9,45	0,00507	0,05	1865
	190	9,50	0,00507	0,05	1875
	189	9,45	0,00507	0,05	1865
Média					1868
Desvio Pad					5,696
20	277	13,9	0,00509	0,05	2723
	275	13,8	0,00509	0,05	2703
	275	13,8	0,00509	0,05	2703
Média					2710
Desvio Pad					11,352
21	172	8,60	0,00506	0,05	1699
	174	8,70	0,00506	0,05	1719
	174	8,70	0,00506	0,05	1719
Média					1713
Desvio Pad					11,409
22	149	7,45	0,00505	0,05	1475
	149	7,45	0,00505	0,05	1475
	148	7,40	0,00505	0,05	1465
Média					1472
Desvio Pad					5,716
23	141	7,05	0,00503	0,05	1401
	142	7,10	0,00503	0,05	1411
	143	7,15	0,00503	0,05	1421
Média					1411
Desvio Pad					9,935
24	177	8,85	0,00501	0,05	1766
	177	8,85	0,00501	0,05	1766
	175	8,75	0,00501	0,05	1747
Média					1760
Desvio Pad					11,524
25	289	14,5	0,00501	0,05	2884
	287	14,4	0,00501	0,05	2864
	287	14,4	0,00501	0,05	2864
Média					2870
Desvio Pad					11,521
26	152	7,60	0,00501	0,05	1516
	153	7,65	0,00501	0,05	1526
	155	7,75	0,00501	0,05	1546
Média					1530
Desvio Pad					15,239
27	289	14,5	0,00502	0,05	2881
	287	14,4	0,00502	0,05	2861
	287	14,4	0,00502	0,05	2861
Média					2867
Desvio Pad					11,510
28	88,1	4,41	0,00508	0,05	867,3
	88,9	4,45	0,00508	0,05	875,2
	90,0	4,50	0,00508	0,05	886,0
Média					876,1
Desvio Pad					9,391

29	110	5,50	0,00503	0,05	1093
	111	5,55	0,00503	0,05	1103
	113	5,65	0,00503	0,05	1123
Média					1106
Desvio Pad					15,176
30	256	12,8	0,00509	0,05	2514
	256	12,8	0,00509	0,05	2514
	255	12,8	0,00509	0,05	2504
Média					2511
Desvio Pad					5,670
31	144	7,20	0,00506	0,05	1422
	147	7,35	0,00506	0,05	1452
	146	7,30	0,00506	0,05	1442
Média					1439
Desvio Pad					15,087
32	202	10,1	0,00503	0,05	2010
	202	10,1	0,00503	0,05	2010
	201	10,1	0,00503	0,05	2000
Média					2007
Desvio Pad					5,744
33	126	6,30	0,00506	0,05	1244
	126	6,30	0,00506	0,05	1244
	125	6,25	0,00506	0,05	1234
Média					1241
Desvio Pad					5,702
34	65,0	3,25	0,00509	0,05	639
	65,0	3,25	0,00509	0,05	639
	67,0	3,35	0,00509	0,05	659
Média					646
Desvio Pad					11,352
35	150	7,50	0,00501	0,05	1496
	153	7,65	0,00501	0,05	1526
	151	7,55	0,00501	0,05	1506
Média					1510
Desvio Pad					15,238
36	224	11,2	0,00509	0,05	2199
	224	11,2	0,00509	0,05	2199
	225	11,3	0,00509	0,05	2209
Média					2202
Desvio Pad					5,668

#### 9.4.

### PROTOCOLO ANALÍTICO PARA A DETERMINAÇÃO DE TPH EM SOLOS

DETERMINAÇÃO DE HIDROCARBONETOS TOTAIS DE PETRÓLEO (TPH)			
ALEXANDRE RODRIGUES	REVISÃO: 0	DATA: 19.01.03	PÁGINA: 1/2
<p><b>1.0. OBJETIVO</b></p> <p>Descrever a metodologia empregada na determinação de hidrocarbonetos totais de petróleo (TPH).</p> <p><b>2.0. DOCUMENTAÇÃO A CONSULTAR</b></p> <p># MANUAL DO EQUIPAMENTO INFRACAL ANALYZERS MODELO CVH-50</p> <p><b>3.0. PRINCÍPIO E APLICAÇÃO DO MÉTODO:</b></p> <p>3.1. Princípio:</p> <p>3.1.1. Os hidrocarbonetos totais de petróleo (TPH) são determinados através de um equipamento de campo INFRACAL ANALYXERS MODELO CVH-50 com detector de infravermelho.</p> <p>3.2. Aplicação:</p> <p>3.2.1. Este método é aplicável para análise de amostras contendo até 10.000 mg.l<sup>-1</sup> de hidrocarbonetos totais de petróleo. Amostras com concentrações superiores à recomendada devem ser diluídas.</p> <p><b>4.0. Sistema de trabalho:</b></p> <p>4.1. Recursos materiais necessários:</p> <p>4.1.1. Balança analítica.</p> <p>4.1.2. Balão volumétrico de 25, 50 e 100 mL.</p> <p>4.1.3. Pipetas volumétricas de diversos volumes.</p>			



4.1.4. Lenço de papel (macio)

4.1.5. Solvente tetracloroetileno.

4.1.6. Padrões de calibração dentro da faixa de estudo.

#### **4.2 Calibração do INFRACAL ANALYXERS MODELO CVH-50:**

4.2.1. limpe bem a cubeta utilizando pequenas porções do próprio solvente tetracloroetileno fazendo rinsagens sucessivas.

4.2.2. encha a cubeta com o solvente tetracloroetileno.

4.2.3. proceda à limpeza da parte externa da cubeta utilizando lenço de papel (certifique-se de que as superfícies das faces estejam completamente limpas).

4.2.4. Insira a cubeta no orifício central do INFRACAL ANALYXERS MODELO CVH-50. Certifique-se de que a parte transparente da cubeta esteja alinhada com o detector de infravermelho.

## DETERMINAÇÃO DE HIDROCARBONETOS TOTAIS DE PETRÓLEO (TPH)

ALEXANDRE RODRIGUES

REVISÃO: 0

DATA: 19.01.03

PÁGINA: 2/2

4.2.5. Pressione a tecla ZERO até que aparece BAL no painel do equipamento. Depois de decorridos 10 a 15 segundos um número com uma casa decimal irá aparecer no painel do equipamento.

4.2.6. Pressione e solte a tecla RUN. Deverá aparecer no painel do equipamento 00+ ou -02. No caso de aparecer no painel do equipamento um valor que exceda o descrito, o item 4.2.5 deve ser repetido.

### 4.3 Preparo do equipamento para leitura dos valores de absorbância

4.3.1. Pressione e solte a tecla CAL até que apareça CAL no painel do equipamento

4.3.2. Pressione a tecla RECALL até que apareça OFF no painel do equipamento

4.3.3. Pressione e solte a tecla ZERO. Deverá aparecer IDLE no painel do equipamento. A partir deste ponto o equipamento está pronto a efetuar as análises e fornecer os resultados em absorbância.

### 4.4 Preparo de curva de Absorção do INFRACAL ANALYXERS MODELO CVH-50

4.4.1. limpe bem a cubeta utilizando pequenas porções do padrão de menor concentração, fazendo rinsagens sucessivas.

4.4.2. encha a cubeta com o padrão de menor concentração.

4.4.3. proceda à limpeza da parte externa da cubeta utilizando lenço de papel (certifique-se de que as superfícies das faces estejam completamente limpas).

4.4.4. Insira a cubeta no orifício central do INFRACAL ANALYXERS MODELO CVH-50. Certifique-se de que a parte transparente da cubeta esteja alinhada com o detector de infravermelho

4.4.5. Pressione e solte a tecla RUN. Após decorridos 10 a 15 segundos deverá aparecer no painel do equipamento o valor de absorbância correspondente à concentração do padrão. Anote este valor (A1).

4.4.6. Remova a cubeta do equipamento e proceda a sua limpeza com o padrão de concentração subsequente ao primeiro conforme descrito nos itens 4.4.1, 4.4.2, 4.4.3 e 4.4.4

4.4.7. encha a cubeta com o padrão de concentração subsequente

4.4.8. repita sucessivamente os itens descritos nos itens anteriores para todos os padrões (A2, A3, A4, A5 ...)

### 4.5 Preparo de curva de calibração do INFRACAL ANALYXERS MODELO CVH-50

- 4.5.1 Pressione a tecla CAL até que apareça CAL no painel do equipamento.
- 4.5.2 Pressione a tecla RECALL até que apareça EDIT no painel do equipamento.
- 4.5.3 Pressione e solte a tecla CAL. Deverá aparecer no painel do equipamento n = 00. No caso de aparecer no painel do equipamento um valor DIFERENTE use a tecla RECALL para atingir 00.
- 4.5.4 Pressione e solte a tecla CAL. Deverá aparecer no painel do equipamento IDLE.
- 4.5.5 Pressione a tecla CAL até que aparece no painel do equipamento CAL.
- 4.5.6 Pressione a tecla RECALL até que aparece no painel do equipamento EDIT.
- 4.5.7 Pressione e solte a tecla CAL. Neste momento, deverá aparecer no painel do equipamento n = 00.
- 4.5.8 Utilizando a tecla RUN e RECALL para aumentar ou diminuir os valores, insira os dados referentes ao número de padrões utilizados para montar a curva de absorbância obtidas como descrito no item 4.4 (A1, A2, A3, A4, A5; neste caso são cinco pontos).
- 4.5.9 Pressione e solte a tecla CAL. Neste momento, deverá aparecer no painel do equipamento A01 =
- 4.5.10 Utilizando a tecla RUN e RECALL para aumentar ou diminuir os valores, insira os dados referentes à A1
- 4.5.11 Pressione e solte a tecla CAL. Neste momento, deverá aparecer no painel do equipamento C01=
- 4.5.12 Utilizando a tecla RUN e RECALL para aumentar ou diminuir os valores, insira os dados referentes à concentração em mg.l-1 referente ao primeiro valor de absorbância lido (de A1).
- 4.5.13 Pressione e solte a tecla CAL. Neste momento, deverá aparecer no painel do equipamento C02=
- 4.5.14 Repita as operações descritas no item 4.5.12 e 4.5.13 para A2 , A3 , A4, A5...
- 4.5.15 Após a última inserção de dados, pressione e solte a tecla CAL. Neste momento, deverá aparecer no painel do equipamento IDLE.
- 4.5.16 O INFRACAL ANALYXERS MODELO CVH-50 está apto para efetuar as análises
- 4.6 Leitura das amostras
- 4.6.1 Limpe bem a cubeta utilizando pequenas porções da própria amostra fazendo rinsagens sucessivas.
- 4.6.2 Encha a cubeta com a amostra.
- 4.6.3 Proceda à limpeza da parte externa da cubeta utilizando lenço de papel (certifique-se de que as superfícies das faces estejam completamente limpas).
- 4.6.4 Insira a cubeta no orifício central do INFRACAL ANALYXERS MODELO CVH-50. Certifique-se de que a parte transparente da cubeta esteja alinhada com o detector de infravermelho.

**4.7 Cálculo de resultados:**

4.7.1 Concentração de hidrocarbonetos totais de petróleo (TPH) = leitura direta em  $\text{mg.l}^{-1}$ .