



NORMA TÉCNICA

L5.180

Nov/1988
17 PÁGINAS

Água - determinação de herbicidas clorofenoxiácidos por cromatografia gasosa: método de ensaio

Companhia de Tecnologia de Saneamento Ambiental
Avenida Professor Frederico Hermann Jr., 345
Alto de Pinheiros CEP 05459-900 São Paulo SP
Tel.: (11) 3133 3000 Fax.: (11) 3133 3402

<http://www.cetesb.sp.gov.br>

CETESB	ÁGUA - DETERMINAÇÃO DE RESÍDUOS DE HERBICIDAS CLOROFENOXIÁCIDOS POR CROMATOGRAFIA GASOSA Método de ensaio	L5.180 NOV/88
--------	---	------------------

SUMÁRIO	Pág.
Introdução.....	1
1 Objetivo.....	1
2 Norma complementar.....	1
3 Definições.....	2
4 Aparelhagem.....	2
5 Execução do ensaio.....	2
6 Resultados.....	10
Anexo A - Limpeza de material.....	15
Anexo B - Bibliografia.....	17

INTRODUÇÃO

Os herbicidas clorofenoxiácidos são usados amplamente no controle de ervas daninhas. Os ésteres e sais de 2,4-D e silvex podem ser utilizados como herbicidas aquáticos em lagoas, rios e canais de irrigação. São herbicidas muito potentes, mesmo quando utilizados em baixas concentrações.

1 OBJETIVO

1.1 Esta Norma prescreve o método de determinação de resíduo de herbicidas fenoxiácidos em água por cromatografia gasosa, empregando o detector de captura de elétrons.

1.2 O presente método se aplica em faixas de concentrações variáveis para cada herbicida e depende do instrumento utilizado e do volume da amostra. Partindo-se de 1 litro de amostra, concentrando-se a 1 mL e injetando-se 2 a 3 μ L é possível medir até 50 ng de 2,4-D/litro, ng de silvex/litro e 10 ng de 2,4,5-T/litro.

2 NORMA COMPLEMENTAR

Na aplicação desta Norma é necessário consultar:

- CETESB L5.144 - Água - Determinação de resíduos de pesticidas organoclorados

3 DEFINIÇÕES

Para os efeitos desta Norma é adotada a seguinte definição:

Grau pesticida

Expressão da pureza de um reagente que apresenta $10^{-9}\%$ de resíduo expresso como aldrin e $10^{-8}\%$ de resíduo expresso como paration.

4 APARELHAGEM

4.1 Banho-maria.

4.2 Colunas Snyder: macro (3 bolas) e micro (1 bola).

4.3 Cromatógrafo a gás, com as seguintes características:

- a) coluna de vidro borossilicato, 180 cm de comprimento x 4 mm D.I. ou 2 mm D.I., empacotada com material apropriado;
- b) detector de captura de elétrons;
- c) registrador, compatível com o detector e com o sistema amplificador;
- d) linha de gás de arraste, provida de peneira molecular secante e filtro de absorção de oxigênio;
- e) forno de coluna, com temperatura regulável, precisão de $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$.

4.4 Erlenmeyer de 250 mL, com junta esmerilhada apropriada para ligação a coluna Snyder.

4.5 Evaporador-concentrador Kuderna-Danish, com frasco evaporador de 250 mL e tubo receptor de 5 mL.

4.6 Frascos de coleta, de 1 000 mL, de vidro âmbar, com tampa rosqueada de teflon. Como alternativa, pode-se utilizar um papel alumínio entre a boca do frasco e a tampa, quando esta não for de teflon, ou frasco de vidro de tampa esmerilhada.

4.7 Funil de separação, de 2 000 mL e de 60 mL, de vidro borossilicicato, com tampa e torneiras de teflon.

4.8 Micro-seringas, de 10 e 5 μL .

4.9 Pipeta Pasteur, de vidro, com 140 mm x 5 mm D.I.

5 EXECUÇÃO DO ENSAIO

5.1 Princípios gerais

5.1.1 Na cromatografia gás-líquido, os componentes a determinar são volatilizados e levados por um gás de arraste (fase móvel) através

de uma coluna separadora aquecida (fase estacionária). A fase estacionária é constituída de um sólido inerte de alta porosidade, impregnado de um líquido orgânico não volátil. A velocidade com que cada componente passa através da coluna depende do coeficiente de partição do componente entre a fase estacionária e a fase móvel. O tempo de retenção na coluna então é característico para cada componente, nas condições de operação; eles emergem no fim da coluna e passam por um detector que indica a presença e mede a quantidade de cada componente através da interpretação da resposta elétrica que se registra na forma de cromatograma. No caso de herbicidas clorofenoxiácidos, o detector mais apropriado é o da captura de elétrons, porque é específico para medir compostos que têm afinidade por elétrons livres.

5.1.2 No detector de captura de elétrons, uma fonte radioativa, o trítio ou o Ni^{63} fornece energia para a ionização do gás de arraste, o que resulta numa corrente elétrica entre os eletrodos do detector. Quando um composto que tem afinidade por elétrons atinge a cela, são capturados elétrons, o que resulta num decréscimo dessa corrente. O decréscimo é função da concentração do composto. Para obter máxima sensibilidade o detector deve estar sempre rigorosamente limpo.

5.1.3 A determinação qualitativa se baseia na comparação do tempo de retenção de cada componente com o tempo de retenção do padrão, nas mesmas condições de operação; a determinação quantitativa se baseia na comparação da área registrada no cromatograma para um componente com a área registrada para um padrão de concentração conhecida nas mesmas condições de operação. Nem sempre é possível ter certeza de que o pico em questão é devido a um determinado herbicida e não a outra substância com o mesmo tempo de retenção; torna-se necessário efetuar uma confirmação através da técnica da comparação de tempos de retenção relativos em no mínimo duas colunas de polaridades diferentes. Seria altamente desejável, sempre que possível, a utilização de técnicas de confirmação mais definitivas, como a espectrofotometria de massa.

5.2 Princípio do método

5.2.1 Os herbicidas clorofenoxiácidos, tais como o ácido 2,4-diclorofenoxiacético (2,4-D) o ácido 2,2,4,5-triclorofenoxipropiônico (silvex), o ácido 2,4,5-triclorofenoxiacético (2,4,5-T) e compostos similares, podem ser determinados por CG. Como estes compostos ocorrem na água sob várias formas (por exemplo, ácido, sal,

éster) há uma etapa de hidrólise para se obter o ácido correspondente.

5.2.2 Os clorofenoxiácidos e seus ésteres são extraídos de água acidificada com éter etílico. Os extratos são hidrolisados e o material estranho é removido por lavagem com solvente. Os ácidos são convertidos a ésteres metílicos e posteriormente feito "clean-up" em micro-coluna de adsorção. Os ésteres metílicos são determinados por CG.

5.3 Interferentes

Ácidos orgânicos, principalmente ácidos clorados, fenóis e clorofenóis causam a maioria das interferências. A hidrólise alcalina e a subsequente extração eliminam muitos dos inseticidas clorados predominantes. Como os herbicidas reagem facilmente com substâncias alcalinas, podem ocorrer perdas se houver contato com álcali em qualquer etapa que não seja a etapa da hidrólise alcalina. Lavagem de vidrarias, lâ de vidro e sulfato de sódio com ácido elimina a possibilidade de perdas (ver Anexo A).

5.4 Reagentes e materiais

Verificar a pureza de todos os reagentes por meio da cromatografia gasosa. Selecionar reagentes de alta qualidade e que não requeiram tratamento de purificação para poupar tempo e trabalho. Entretanto, algumas purificações podem ser necessárias, como as descritas a seguir.

5.4.1 Ácido sulfúrico (H_2SO_4) 1:3 : armazenar em refrigerador.

5.4.2 Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4).

5.4.3 Éter etílico, $(CH_3CH_2)_2O$, grau pesticida.

Cuidado: peróxidos explosivos tendem a se formar. Testar a presença de peróxidos.

Nota: O éter etílico pode formar peróxidos. Testá-lo, colocando 10 mL de éter e 1 mL de solução de iodeto de potássio a 10%; cor amarela em qualquer das fases indica presença de peróxidos. Remover os peróxidos, adicionando 40 g de sulfato ferroso (na forma de solução a 30% em água) a cada litro de éter. Ao éter isento de peróxidos adicionar 2% de álcool, grau pesticida.

5.4.4 Fases líquidas: OV-210 5%, OV-17 (ou SP 2250) 1,5% + QF - 1 (ou SP 2401) 1,95%, QF-1 6% + SE - 304%, OV-1 3,0% e outros.

Nota: Para a confirmação das identificações usar colunas de diferentes polaridades.

5.4.5 Sulfato de sódio, Na_2SO_4 , anidro, p.a.

Calcinar o sal em mufla (previamente aquecida a $1\ 000^\circ\text{C}$) a 500°C durante 12 horas e guardá-lo em dessecador de sílica. Verificar a presença de interferentes, passando cerca de 200 mL de solvente de extração através de 30 a 40 g do sal, concentrar o volume e injetar no cromatógrafo nas condições da amostra.

5.4.6 Nitrogênio ultra-puro, isento de oxigênio e de umidade.

5.4.7 Padrões de herbicidas: ácido 2,4-diclorofenoxiacético, ácido 2,4,5-triclorofenoxiacético e ácido 2-2,4,5-tricloropropiônico.

5.4.8 Soluções-estoque de herbicidas: dissolver 100 mg de herbicida em 60 mL de éter etílico, diluir a 100 mL num balão volumétrico com n-hexano (1,00 mL contém 1,00 mg).

5.4.9 Solução intermediária de herbicida: diluir 1,00 mL de solução-estoque a 100 mL num balão volumétrico com uma mistura de volumes iguais de éter etílico e tolueno (1,00 mL contém $10,0\ \mu\text{g}$).

5.4.10 Solução-padrão para cromatografia: preparar a concentração final dos padrões em tolueno de acordo com a sensibilidade e intervalo de trabalho ideal do detector.

Nota: Manusear os padrões com o máximo cuidado por se tratar de substâncias altamente tóxicas.

5.4.11 Solução de hidróxido de potássio (KOH): dissolver 37 g de KOH em água destilada e diluir a 100 mL.

5.4.12 Florisil, 60/100 mesh.

Calcinar o Florisil a 675°C durante 12 horas e guardá-lo em frasco escuro, em estufa, a 130°C . Esfriá-lo em dessecador de sílica antes de usar. Ver 5.4.5, presença de interferentes; empregar quantidades equivalentes às utilizadas no processamento das amostras.

5.4.13 Solução Na_2SO_4 : dissolver 50 g Na_2SO_4 anidro em água destilada e completar o volume para 1 litro.

5.4.14 Sulfato de sódio, acidificado: adicionar 0,1 mL de H_2SO_4 conc. para 100 g Na_2SO_4 e adicionar éter etílico até cobrir o sólido. Remover o éter etílico por secagem a vácuo. Misturar 1 g do sólido resultante com 5 mL de água destilada e verificar se a mistura apresenta $\text{pH} < 4$. Armazenar a 130°C .

5.4.15 Tolueno, grau pesticida, destilado em vidro, se necessário, ou equivalente.

5.4.16 Trifluoreto de boro/metanol: 14% de BF_3 , em massa.

5.4.17 Lã de vidro lavada com ácido.

5.4.18 Papel de filtro, tipo Whatman nº 40, com diâmetro de 150 mm.

Nota: Lavar o papel, deixando-o imerso em n-hexano e, em seguida, em um solvente polar; secá-lo no dessecador.

5.4.19 Suporte sólido Gas-Chrom. Q, 100/120 mesh; chromosorb W-HP, 100/120 mesh; e outros.

5.5 Lavagem preliminar

Toda a vidraria empregada na coleta de amostras e na análise deve ser lavada e tratada conforme as instruções do Anexo A.

5.6 Coleta e preservação da amostra

As amostras devem ser coletadas em frascos de vidro âmbar de 1 litro com batoque de teflon ou uma tampa de plástico comum, tendo-se o cuidado de colocar uma folha de alumínio entre o frasco e a tampa. Devido ao fato dos herbicidas reagirem facilmente com substâncias alcalinas, deve-se preservar a amostra na hora da coleta, acidificando com ácido sulfúrico concentrado para pH 2. As amostras devem ser transportadas em recipientes com gelo e mantidas a 4°C até a extração. A amostra deve ser extraída em 24 horas. Coletar as amostras em duplicata.

5.7 Procedimento

5.7.1 Preparação do cromatógrafo

5.7.1.1 Para o empacotamento da coluna, usar vidro borossilicato silanizado porque outro material poderá catalizar a decomposição dos componentes na amostra. Antes de empacotar, lavar e secar a coluna com solvente (por exemplo, cloreto de metileno); em seguida, com metanol. Empacotar a coluna uniformemente, sem que ela fique tão compacta que possa causar uma pressão contrária inútil, nem tão solta que possa criar lacunas no empacotamento. Encher a coluna através de um funil ligado por um tubo flexível a uma das extremidades. Tapar a outra extremidade da coluna com aproximadamente 1,3 cm de lã de vidro silanizada e encher com o auxílio de vibração moderada ou de pancadas leves, mas não de um vibrador elétrico para não produzir rachaduras no empacotamento. Opcionalmente, aplicar vácuo, ta

pando uma das extremidades. Tapar a extremidade aberta com lâmina de vidro.

5.7.1.2 Para o condicionamento da coluna:

- a) observar rigorosamente o manual que acompanha o aparelho;
- b) instalar a coluna empacotada no forno do cromatógrafo; ligá-la apenas ao injetor, não ao detector;
- c) manter um fluxo de gás pela coluna em 50 mL/min, empregando gás puro e, no período de uma hora, elevar a temperatura gradativamente até cerca de 25°C abaixo da temperatura máxima que a fase líquida comporta;
- d) manter a coluna nessa temperatura por 48 horas. No caso de se estar empregando uma fase líquida mista, considerar como temperatura máxima da coluna a mais baixa das temperaturas máximas dos componentes da mistura;
- e) ajustar a temperatura e o fluxo de gás para valores próximos dos valores de operação;
- f) injetar seis porções de 10 µL de uma mistura concentrada de herbicidas com intervalos de quinze minutos.

Nota: Preparar esta mistura de padrão com lindane, heptacloro, aldrin, heptacloro epóxido, dieldrin, endrin e p,p'-DDT cada componente na concentração de 200 ng/µL. Depois de condicionados com os herbicidas, ligar a coluna ao detector e deixar estabilizar no mínimo por uma hora, preferivelmente por uma noite. A coluna então estará pronta para o uso.

5.7.2 Técnica de injeção

Desenvolver uma técnica de injeção com ritmo e velocidade constantes.

5.7.2.1 Lavar a seringa com solvente e, em seguida, introduzir nela um pequeno volume de solvente limpo (por exemplo, 1 µL numa seringa de 10 µL).

5.7.2.2 Retirar a agulha do solvente e aspirar 1 µL de ar com seringa.

5.7.2.3 Tomar 3 a 4 µL do extrato de amostra com a seringa. Retirar a agulha do extrato da amostra e aspirar aproximadamente 1 µL de ar com a seringa. Anotar o volume do extrato de amostra compreendido pelas bolsas de ar.

5.7.2.4 Introduzir rapidamente a agulha através do septo, empurrar o êmbolo e remover a seringa.

5.7.2.5 Depois de cada injeção, lavar a seringa várias vezes com solvente.

5.7.2.6 Injetar soluções-padrão de concentração tal que o volume de injeção e a altura do pico do padrão sejam aproximadamente iguais aos da amostra.

5.7.3 Extração das amostras

5.7.3.1 Medir com precisão 850 a 1 000 mL de amostra numa proveta de 1 litro. Verificar se a amostra está com pH 2; se não estiver, acidificar com H_2SO_4 conc. até pH 2. Transferir para um funil de separação de 2 litros.

5.7.3.2 Lavar o frasco de amostra e a proveta de 1 litro com 150 mL de éter etílico e colocar este líquido no funil de separação de 2 litros que contém a amostra. Agitar vigorosamente por 1 minuto. Esperar pelo menos 10 minutos para que haja uma boa separação das fases. Podem ocorrer emulsões que impeçam uma separação adequada. Se isto ocorrer, separar a fase aquosa, inverter o funil de separação e agitar rapidamente. Evitar pressão excessiva, abrindo frequentemente a torneira do funil de separação.

5.7.3.3 Coletar o extrato num erlenmeyer de 250 mL com junta esmerilhada e contendo 2 mL de solução de hidróxido de potássio. Extrair a amostra mais duas vezes, usando 50 mL de éter em cada extração, e combinar os extratos no erlenmeyer.

5.7.4 Hidrólise

5.7.4.1 Adicionar 15 mL de água destilada, pedras de ebulição e ligar o erlenmeyer a uma coluna de 3 bolas. Remover o éter num banho a vapor e continuar o aquecimento por 60 minutos.

5.7.4.2 Transferir o concentrado para um funil de separação de 60 mL. Extrair duas vezes, com 20 mL de éter etílico de cada vez, desprezando a fase etérea. Os herbicidas permanecem na fase aquosa.

5.7.4.3 Acidificar, adicionando 2 mL de H_2SO_4 (1:3) a frio ($4^{\circ}C$). Extrair com 20 mL e depois duas vezes com 10 mL de éter etílico. Coletar os extratos num erlenmeyer de 125 mL com 0,5 g de sulfato de sódio (Na_2SO_4) anidro acidificado.

5.7.4.4 Deixar o extrato em contato com Na_2SO_4 anidro pelo menos por 2 horas.

5.7.5 Esterificação

5.7.5.1 Ligar o sistema K-D a um tubo receptor de 5 mL. Transferir o extrato etéreo ao sistema K-D através de um funil com algodão de vidro. Lavar o funil com um pouco de éter e quebrar qualquer pelota de Na_2SO_4 com bastão de vidro. Antes de concentrar, adicionar 0,5 mL de tolueno.

5.7.5.2 Reduzir o volume para menos de 1 mL em banho-maria a 60-70°C.

5.7.5.3 Trocar a coluna Snyder por uma microcoluna e concentrar para menos de 0,5 mL. Resfriar e adicionar 0,5 mL de reagente BF_3 -metanol.

5.7.5.4 Usar uma microcoluna Snyder como condensador de ar e manter o conteúdo do tubo receptor a 50°C por 30 minutos. Resfriar e adicionar suficiente solução de Na_2SO_4 tal que a interface tolueno/água fique no pescoço do tubo receptor (cerca de 4,5 mL). Tampar o tubo e agitar vigorosamente por um minuto. Deixar 3 minutos para separar as fases.

5.7.5.5 Pipetar a camada de solvente do tubo e colocar numa pequena coluna preparada com pipeta de Pasteur contendo lã de vidro na saída da coluna e empacotada com 2,0 cm de sulfato de sódio anidro sobre 1,5 cm de magnésia/sílica gel.

5.7.5.6 Coletar o eluído num tubo de centrífuga de 2,5 mL, graduada. Completar a transferência, lavando o tubo receptor repetidamente com pequenos volumes de tolueno até que o eluído final tenha volume de 2,0 mL. Verificar a calibração dos tubos para ter certeza de que a graduação está correta.

5.7.5.7 Fazer a metilação do padrão, seguindo o mesmo procedimento.

5.7.6 Cromatografia gasosa

5.7.6.1 Analisar uma porção adequada, 2 a 5 μL , por CG, usando pelo menos duas colunas empacotadas com fases diferentes para identificação e quantificação.

5.7.6.2 Injetar o padrão de herbicida freqüentemente para assegurar ótimas condições de operação. Injetar sempre o mesmo volume.

5.7.6.3 Ajustar o volume do extrato da amostra com tolueno, se necessário, de tal forma que as alturas dos picos obtidos sejam próximas às dos padrões.

5.7.6.4 Os tempos de retenção de alguns ésteres metílicos de herbicidas fenoxiácidos em relação ao do éster metílico do 2,4-D são apresentados na Tabela 1.

5.7.7 Determinação da eficiência de recuperação

5.7.7.1 Adicionar quantidades conhecidas de herbicidas a um litro de amostra de água, e seguir o mesmo procedimento empregado nas amostras.

5.7.7.2 Chamar de "a" a altura do pico padrão e de "b" a altura do pico do padrão que foi adicionado à água. A eficiência de extração é medida pela expressão b/a .

5.7.7.3 Periodicamente, determinar a eficiência de recuperação e um branco de controle para testar o procedimento.

TABELA 1 - Tempos de retenção relativos ao éster metílico do 2,4-D de alguns ésteres metílicos de herbicidas clorofenoxiácidos

Herbicida	Tempos de retenção relativos para uma dada fase líquida*	
	1,5% OV-17 + 1,95% QF-1	5% OV-210
2,4-D	1,00	1,00
2,4,5-TP	1,34	1,22
2,4,5-T	1,72	1,51
2,4-D (min)	2,00	1,62

* Colunas de vidro, 180 cm x 4 mm D.I., empacotadas com Gas-Chrom Q, 100/120 mesh; temperatura da coluna: 185°C; gás de arraste: argônio/metano com fluxo de 70 mL/min.

6 RESULTADOS

6.1 Fator de diluição

Se o extrato orgânico for:

- a) concentrado para 1 mL, o fator de diluição D, será igual a 1;
- b) concentrado para valores menores que 1 mL, o fator de diluição D, será uma fração decimal;

c) diluído para valores maiores que 1 mL, o fator de diluição D, será um número maior do que 1.

6.2 Cálculo

6.2.1 Determinar as concentrações dos herbicidas fenoxiácidos por comparação direta com o padrão quando o volume de injeção e a resposta estiverem dentro de 10% daquela amostra de interesse.

6.2.2 Calcular a concentração do herbicida pela expressão:

$$\mu\text{g/L do herbicida} = \frac{A.B.C.D.}{E.F.G.}$$

onde:

A = massa do herbicida padrão injetado, em ng

B = altura do pico da amostra, em mm, ou área, em mm²

C = volume do extrato, em μL

D = fator de diluição

E = altura do pico do padrão, em mm, ou área, em mm²

F = volume do extrato injetado, em μL

G = volume da amostra extraída, em mL.

6.2.3 Expressar os resultados como éster metílico em micrograma por litro sem correção para eficiência de recuperação.

6.2.4 A área do pico é dada por:

$$A = h \times d$$

onde:

A = área do pico, em mm²

h = altura do pico, em mm

d = largura do pico (medida na metade da altura do pico), em mm.

6.2.5 Precisão e exatidão

Os dados de precisão e recuperação obtidos em um único laboratório e com amostras de águas superficiais de seis fontes com adição de três herbicidas, se encontram nas Tabelas 2 e 3. Estes dados foram obtidos do "Standard Methods for the Examination of Water and Waste water", 16ª edição, 1985.

REVOGADA

TABELA 2 - Precisão de análises de herbicidas fenoxiácidos em águas superficiais

Herbicida	Faixa de concentração µg/L	Número de amostras	Recuperação média %	Precisão para um operador S _O %
2,4-D	300 - 515	11	93	5,0
2,4,5-TP	70 - 290	12	94	6,5
2,4,5-T	90 - 290	12	100	8,0

TABELA 3 - Recuperação de herbicidas fenoxiácidos em águas superficiais

Amostra	Herbicida	Quantidade adicionada ng	Recuperação %
1	2,4-D	308	94
	2,4,5-TP	70	87
	2,4,5-T	92	86
2	2,4-D	308	82
	2,4,5-TP	70	99
	2,4,5-T	92	110
3	2,4-D	308	90
	2,4,5-TP	70	81
	2,4,5-T	92	104
4	2,4-D	470	91
	2,4,5-TP	126	91
	2,4,5-T	140	86
5	2,4-D	470	97
	2,4,5-TP	126	86
	2,4,5-T	140	96
6	2,4-D	515	99
	2,4,5-TP	222	98
	2,4,5-T	221	104

REVOGADA

ANEXO A - LIMPEZA E TRATAMENTO DE MATERIAISA-1 Vidraria

A-1.1 Lavar inicialmente com solvente orgânico (acetona) para remoção grosseira de resíduos, quando a vidraria tiver sido utilizada com amostras sabidamente contaminadas.

A-1.2 Imergir em detergente ou equivalente. O mais comumente empregado é o Extran MA-01 alcalino, da Merck, embora possa ser utilizado qualquer outro detergente, desde que não contenha compostos orgânicos que interfiram na análise cromatográfica. Opcionalmente, pode-se usar uma solução aquosa alcalina a 2,5%.

A-1.3 Lavar bem com água de torneira e deixar escorrer bem.

A-1.4 Imergir em mistura sulfocrômica por 30 minutos. Tomar precauções rigorosas no manuseio desta solução.

A-1.5 Lavar muito bem com água de torneira e depois com água destilada deionizada.

A-1.6 Lavar novamente com solvente orgânico quando a vidraria tiver sido utilizada com amostras sabidamente contaminadas. Utilizar acetona ou outro qualquer solvente de grau pesticida.

A-1.7 Secar em estufa.

A-2 Micro-seringas

Deixar seus componentes imersos em solventes orgânicos de diferentes polaridades, empregando ultra-som.

/ANEXO B

REVOGADA

ANEXO B - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

B-1 AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION - APHA - Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 16ª edição, New York, 1985.

B-2 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS - ASTM - Annual Book of ASTM Standards, Philadelphia, 1977, vol. 31.

B-3 ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY - EPA - Environmental Toxicology Division, Research Triangle Park, North Carolina, Manual of Analytical Methods for the Analysis of Pesticide Residues in Human and Environmental Samples, EPA - 600/8-80-038, junho, 1980.

B-4 FEDERAL REGISTER, 38, nº 75, pt II, 1973.