

COMPARAÇÃO DE MÉTODOS DE PRESERVAÇÃO E ARMAZENAMENTO DE SOLO PARA ANÁLISE DE VOC

**GT- Laboratórios associados
30/11/2018**

OBJETIVO

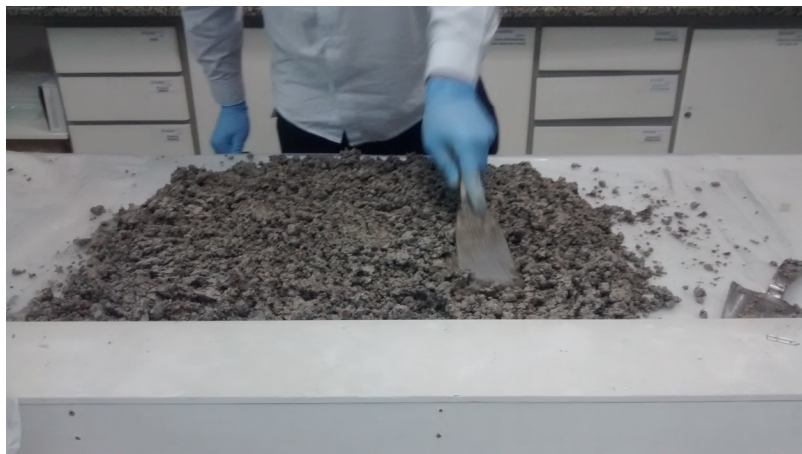
Realização de testes laboratoriais visando comparação entre metodologias de amostragem, preservação e armazenamento de solo para Análise de VOC:

- Entre hermeticamente fechados: Encore e vialVOC
- Entre hermeticamente fechados, metanol e boca larga

Descrição das atividades realizadas

- Coletados 15 Kg de amostra de solo pela CPEA.
- 03 substâncias selecionadas, conforme faixa de concentração:
 - Entre 100 e 1000 µg/Kg (BENZENO);
 - Entre 5.000 e 10.000 µg/Kg (1.2.4-TMB)
 - Entre 10.000 e 25.000 µg/Kg (TETRACLOROETENO)
- Amostra quarteada na Eurofins (SP) e retirada alíquotas pelos 05 laboratórios participantes: ALS, EP ANALÍTICA, EUROFINS, GOETLER e MERIUEX.
- Metodologias empregadas na coleta: ENCORE (adquiridos pela AESAS), VIALVOC (Cedido pela SAUBER SYSTEM), Frasco de vidro de boca larga e Metanol
- Amostras analisadas em 5 réplicas (por método)
- Análises realizadas na mesma data por todos os laboratórios.
- Resultados consolidados pela CPEA:
 - Aplicado teste de Grubbs para eliminar outliers.
 - Dados do laboratório A são apresentados, mas não foram considerados na estatística.
 - Aplicada ANOVA para análise de diferença entre os métodos.

Quarteamento das amostras e preparação dos frascos



Coleta por Encore®



Coleta por ViaVOC®



Coleta por metanol



Coleta com armazenamento de solo em frasco de boca larga



Limitações associadas ao teste realizado

- Heterogeneidade intrínseca da matriz (solo).
- Método de amostragem difere da prática.
- Necessidade de altas diluições da amostra/intervalos de calibrações diferentes de cada laboratório.
- Especificidades intrínsecas a cada um dos métodos utilizados.
- Critérios de controle de qualidade de cada laboratório

Limitações associadas ao teste realizado

➤ Laboratórios identificados de A a E

-Realizado inicialmente teste de Grubbs para eliminação de outliers para comparação dos métodos hermeticamente fechados.

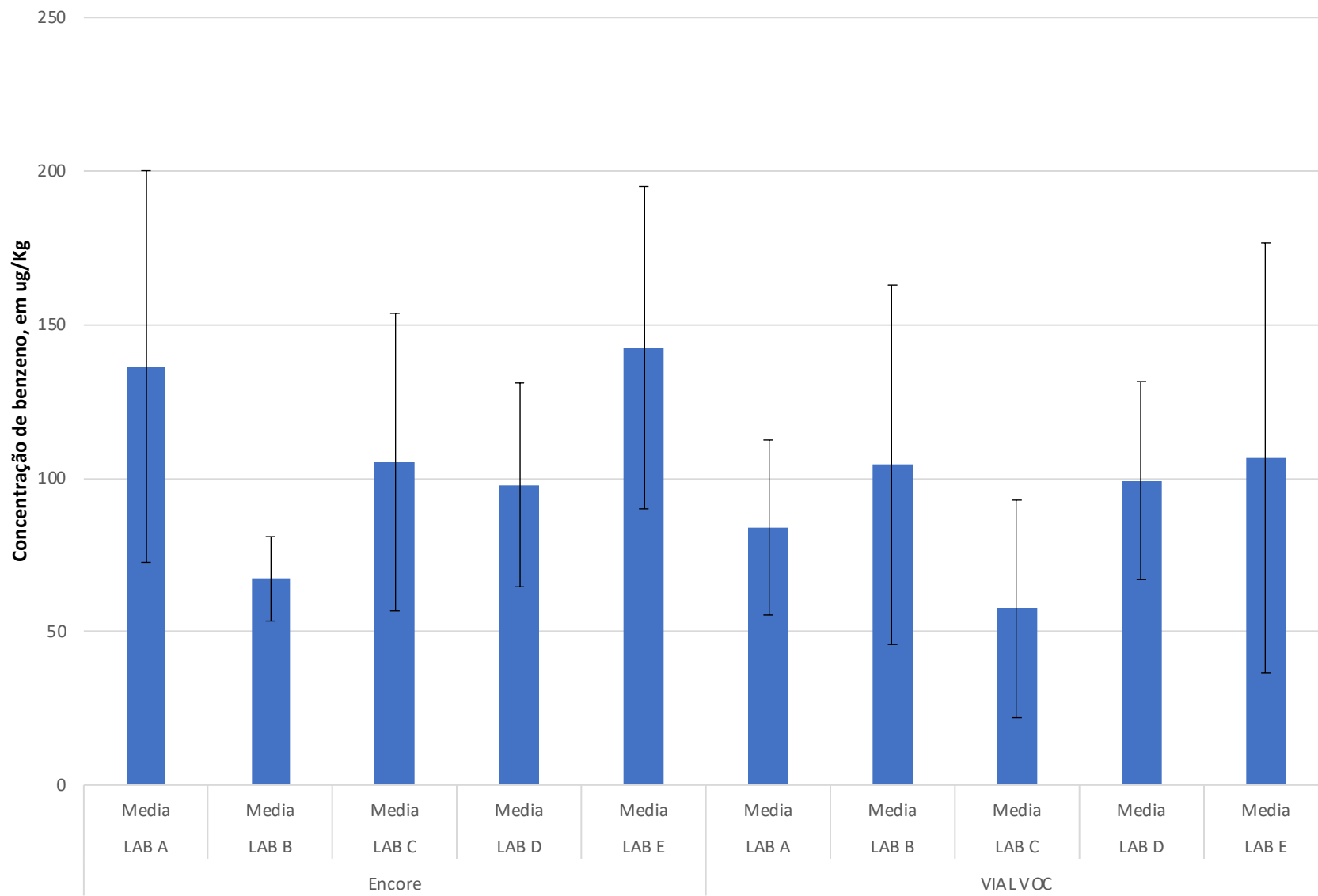
Benzeno (100-1000 ppb)	1,2,4-TMB (1000-10.000 ppb)	PCE (> 10.000 ppb)
Encore: 24 (1 outlier)	Encore: 25	Encore: 24 (1 outlier)
Vial VOC: 25	Vial VOC: 25	Vial VOC: 24 (1 outlier)

-Calculada média entre os resultados hermeticamente fechados e reaplicado teste de Grubbs.

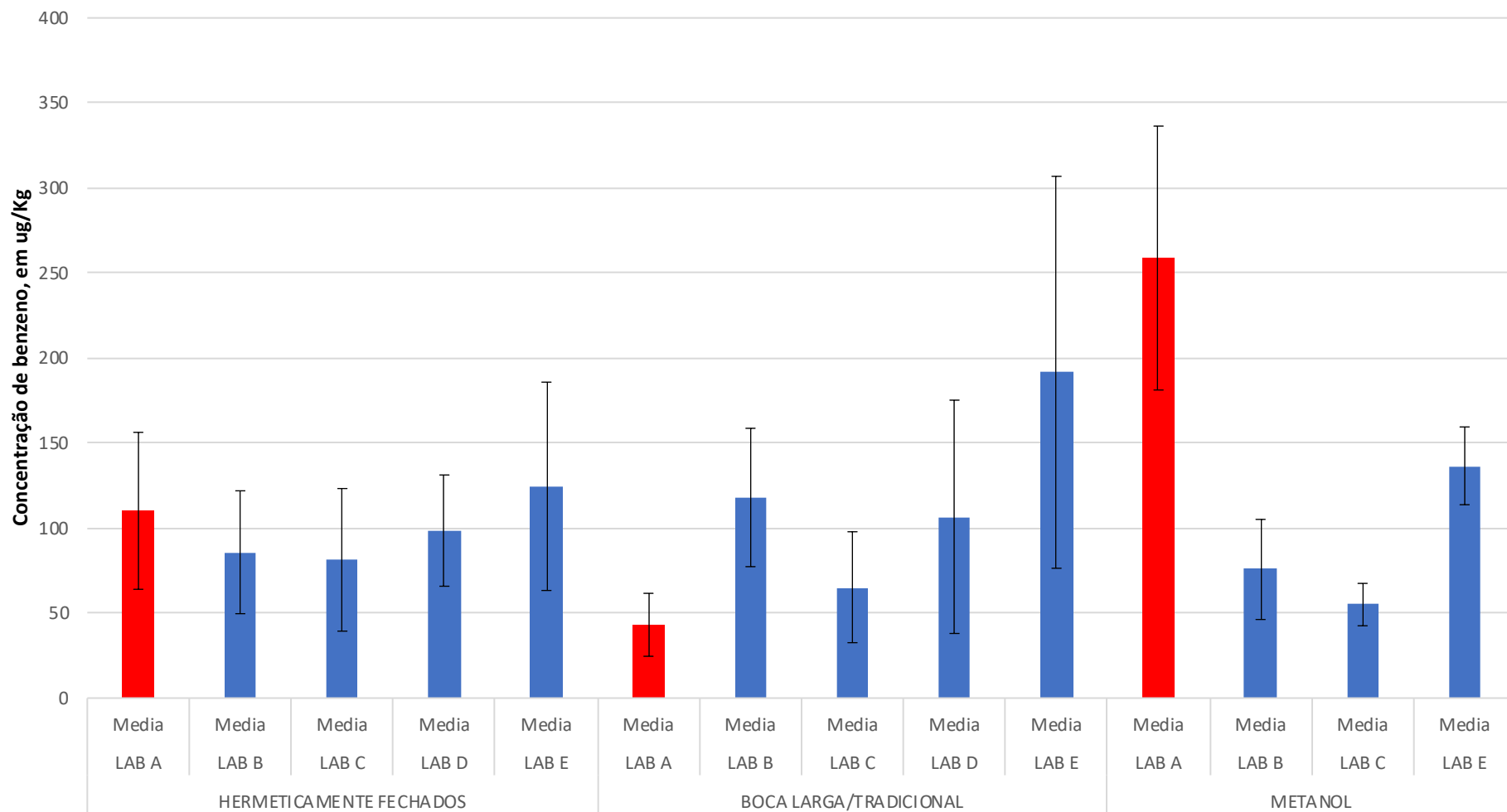
-Lab A apresentou outlier para a maioria dos compostos e métodos. GT decidiu não considera-lo na avaliação estatística.

-Lab D não analisou método metanol.

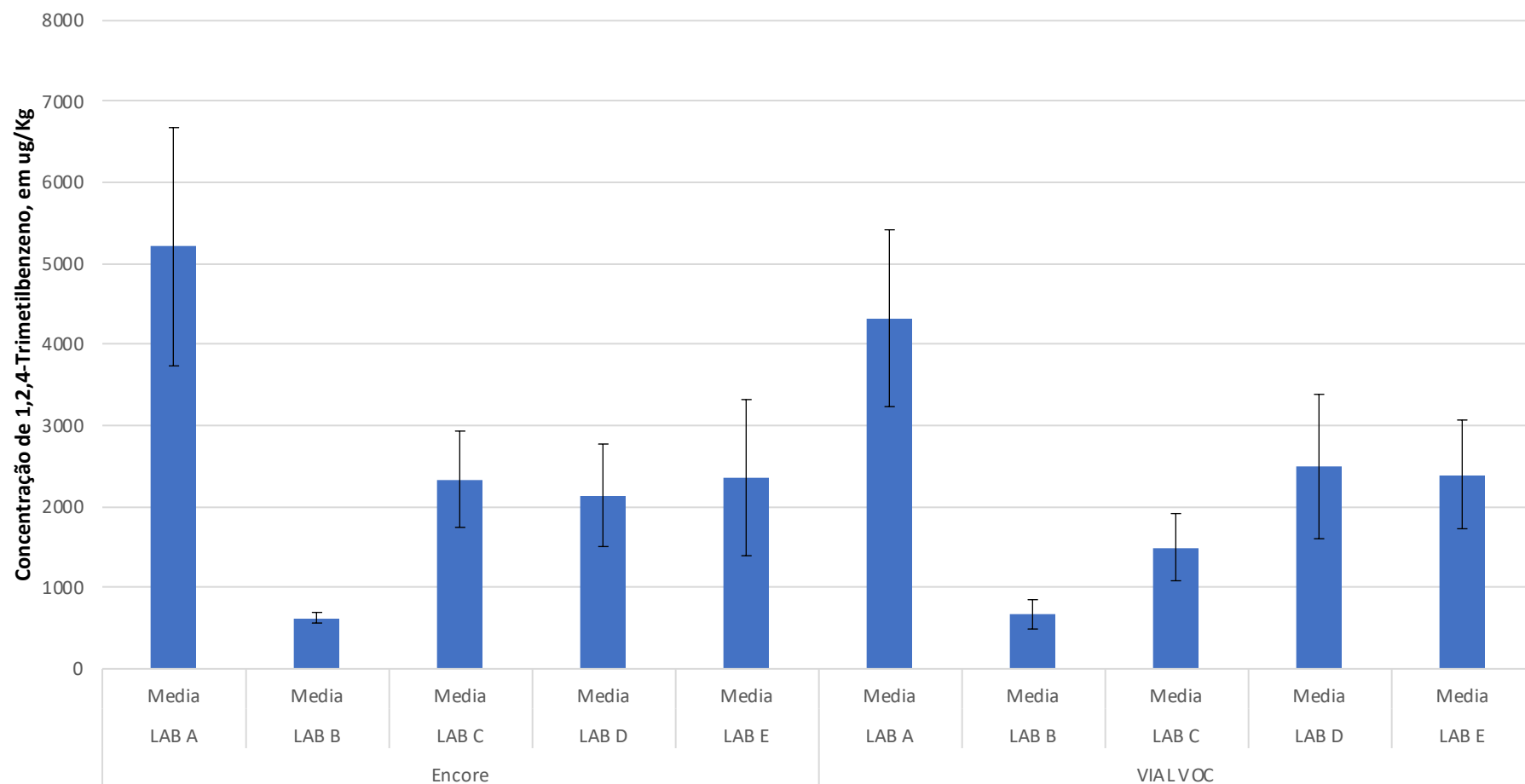
Benzeno (100-1000 ppb) Encore e Vial VOC



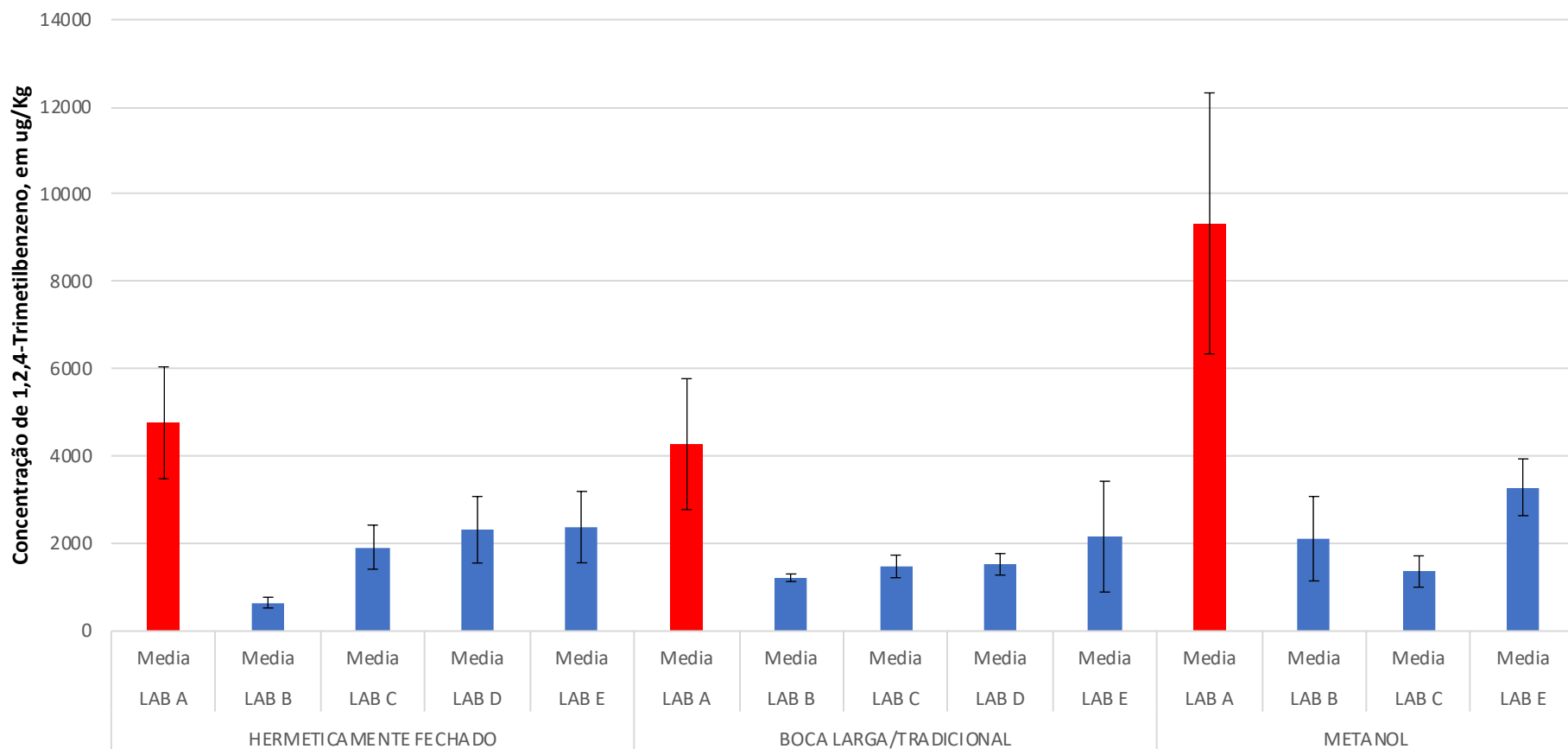
Benzeno (100-1000 ppb) 3 métodos



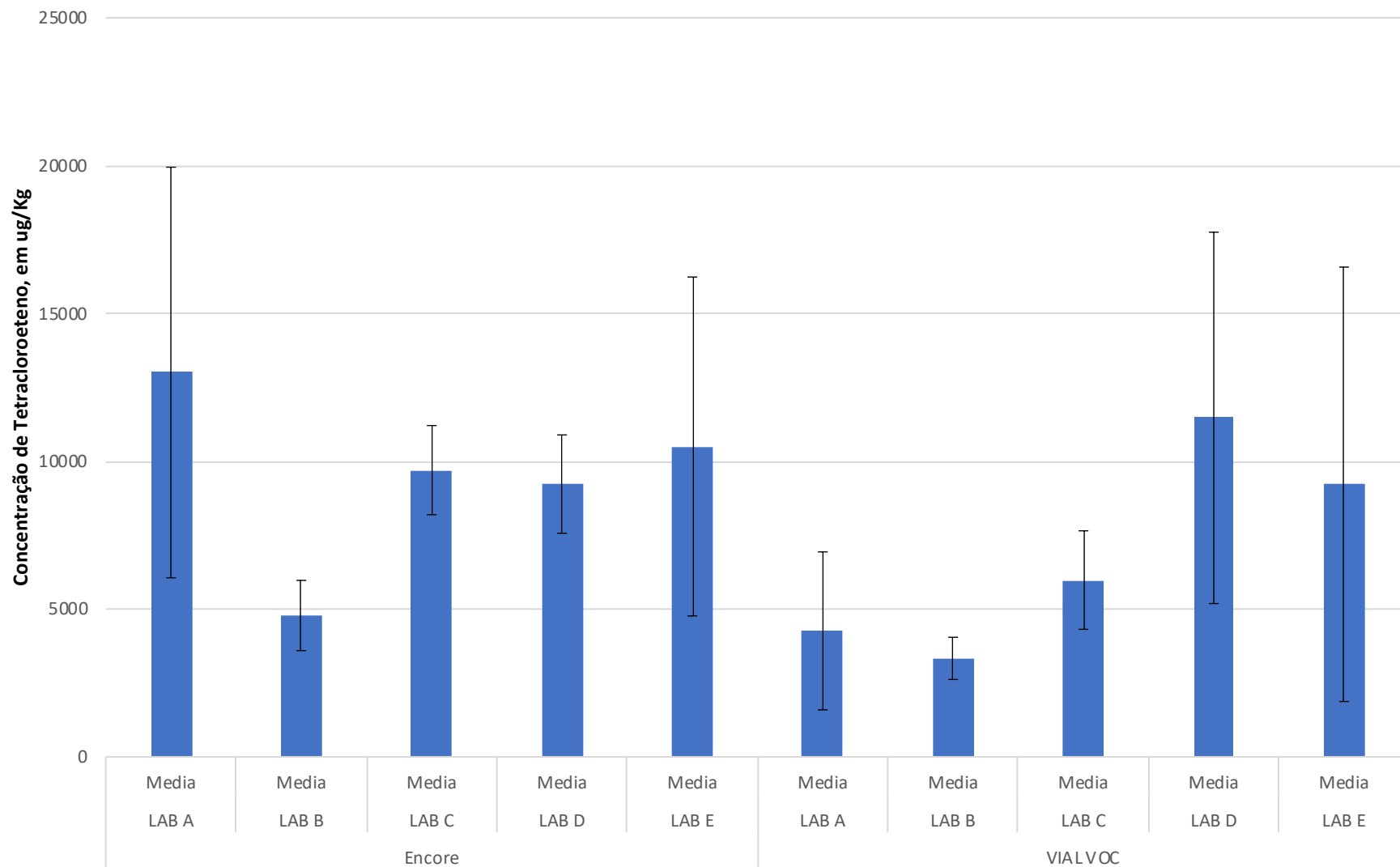
1,2,4-Trimetilbenzeno (1000-10000 ppb) Encore x vialVOC



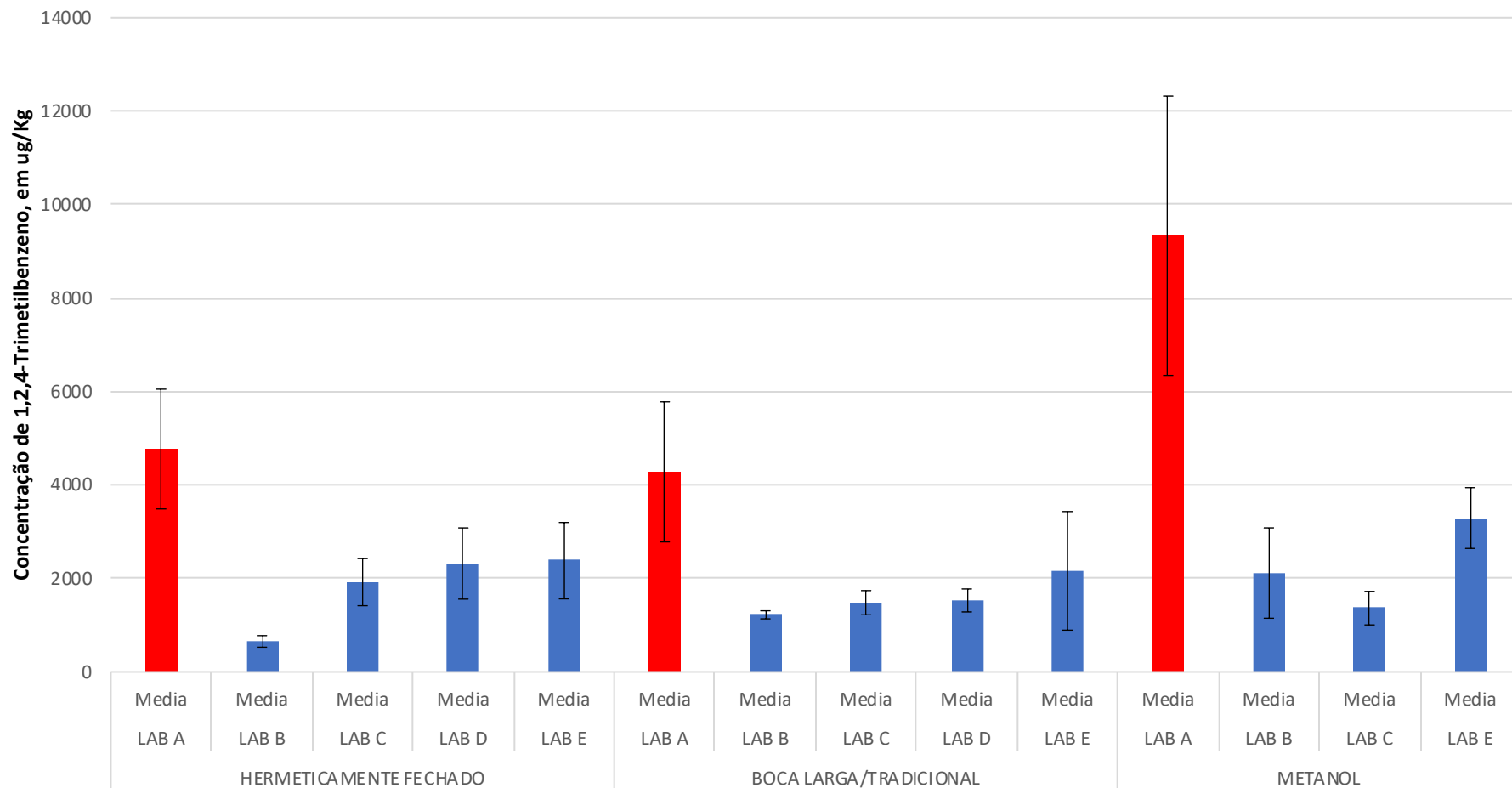
1,2,4-Trimetilbenzeno (1000 e 3000 ppb*) 3 métodos



Tetracloroeteno (> 10.000 ppb) VIALVOC X ENCORE



1,2,4-Trimetilbenzeno



ANOVA – Hermeticamente fechados

Nível de significância: 5%

- Benzeno (100-1000 ppb): $p < 0,05$ – Encore e Vial VOC foram similares
- 1,2,4-TMB:

1,2,4-TMB	A	B	C	D	E
A		◻ ◇	△ ◻	△ ◻	△ ◻ ◇
B	◻ ◇		△ ◻		△ ◻ ◇
C	△ ◻	△ ◻			
D	△ ◻				
E	△ ◻ ◇	△ ◻ ◇			

◻ ViaVOC e Encore diferentes

△ Encore diferentes

◇ ViaVOC diferentes

- Tetracloroetano: $p < 0,05$ – Encore e Vial VOC foram similares

ANOVA (3 métodos)

LAB	Benzeno (entre 100 e 1.000 ug/kg)	1,2,4-TMB (entre 1.000 e 3.000 ug/kg)	Tetracloroeteno (> 10.000 ug/kg)
LAB B	<u>Metanol</u> # <u>boca larga</u> lab E <u>Hermetico</u> # <u>boca larga</u> lab E	<u>Hermetico</u> # lab E (hermetico, metanol e boca larga) <u>Hermetico</u> # <u>metanol</u> lab B	<u>Metanol</u> # <u>boca larga</u> todos labs <u>Metanol</u> # <u>metanol</u> lab E <u>Metanol</u> # <u>hermetico</u> lab B
LAB C	<u>Boca larga</u> # <u>boca larga</u> lab E <u>Metanol</u> # <u>boca larga</u> lab E <u>Hermetico</u> # <u>boca larga</u> lab E	<u>Metanol</u> # <u>metanol</u> lab E <u>Hermetico</u> # <u>metanol</u> lab E	<u>Metanol</u> # <u>metanol</u> lab B <u>Hermetico</u> # <u>metanol</u> lab B
LAB D		<u>Hermetico</u> # <u>hermetico</u> lab B	<u>Hermetico</u> # <u>metanol</u> lab B <u>Hermetico</u> # <u>hermetico</u> lab B
LAB E		<u>Metanol</u> # <u>boca larga</u> labs B, C e D	<u>Metanol</u> # todos labs <u>boca larga</u> <u>Hermetico</u> # lab B <u>metanol</u>
Considerações gerais	Foram observadas diferenças estatísticas entre métodos (boca larga e metanol e boca larga x hermeticamente fechados) e intramétodos (boca larga)	Foram observadas diferenças estatísticas entre métodos (boca larga e metanol, boca larga x hermeticamente fechados e metanol x hermetico) e intramétodos (hermético e metanol)	Foram observadas diferenças estatísticas entre métodos (boca larga e metanol, boca larga x hermeticamente fechados e metanol x hermetico) e intramétodos (hermético e metanol)

Considerações gerais

Sob condições controladas, os resultados entre os métodos avaliados indicaram que:

- As concentrações na amostra são muito altas, o que reflete em perdas que não impactam nos resultados finais do frasco de boca larga.
- Nas condições do teste, os métodos de vialVOC e encore não apresentam variações estatísticas significativas.
- Houve similaridade estatística entre métodos (quando desconsiderados os resultados do lab A) .
- Faixa entre 100 e 1.000 ppb: maior similaridade entre os métodos de metanol e hermeticamente fechado.
- Faixa mais alta (> 10.000 ppb): metanol apresenta a maior concentração comparativamente aos demais métodos.
 - ✓ O método do metanol, ao contrário dos demais, requer toda a alíquota coletada para a análise, não havendo subamostragens no laboratório, justificando, assim, maior frequência de ocorrência de concentrações mais altas, além de outros fatores como eventual perda por evaporação

Obrigada!

Equipe do GT de laboratórios

aesas@aesas.com.br