

# Desenvolvimento de Metodologia para Determinação de Nonilfenol empregando-se Cromatografia

José Aleixo A. França\* (IC), Frederico G. de Araujo (PG), Danielle M. Henriques (PQ), Yara P. Cid (PQ), Inês Rosane W. Z. de Oliveira (PQ).

\*jaleixo.chemistry@gmail.com

Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro / Departamento de Química /23890-000 Seropédica, RJ

Palavras Chave: disruptor endócrino, nonilfenol, cromatografia

## Introdução

Disruptores endócrinos são uma variedade de substâncias químicas exógenas ambientais, (substâncias sintéticas e hormônios naturais), que podem prejudicar o funcionamento normal do sistema endócrino de animais e seres humanos<sup>1</sup>. Entre eles está o nonilfenol (NP), produto de degradação do nonilfenol etoxilado (surfactante não-iônico utilizado como agentes de limpeza em processos industriais e agricultura)<sup>2</sup>. Estes compostos quando não degradados de maneira eficiente em sistemas de tratamento de efluentes podem alcançar águas superficiais e assim contaminar o meio ambiente. Sendo assim o desenvolvimento de metodologias adequadas para a determinação destes xenobióticos torna-se essencial. O presente trabalho consiste em desenvolver metodologia para determinar a presença de nonilfenol em amostras ambientais através de cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC).

## Resultados e Discussão

Utilizou-se cromatógrafo Agilent Infinity 1260 para a determinação de nonilfenol empregando-se coluna C18 Zorbax Eclipse Plus de dimensões (4.6 x 100 mm, 3,5 µm) e temperatura 25°C. Diluiu-se a solução padrão em fase móvel constituída de metanol:água (80:20, %v/v) obtendo-se a curva analítica 0,031; 0,062; 0,125; 0,250; 0,500; 1,000 mg L<sup>-1</sup>. O volume de injeção foi de 20 µL numa vazão de 1 mL min<sup>-1</sup>. O comprimento de onda utilizado foi de 277 nm (Figura 1).

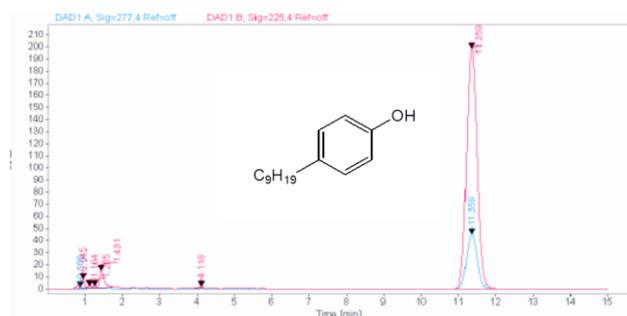


Figura 1. Cromatograma do nonilfenol.

As curvas analíticas apresentaram linearidade dentro de sua faixa de aplicação obtendo-se  $r^2 > 0,999$  (Tabela 1). O tempo de retenção foi de 11,3 min.

**Tabela 1.** Parâmetros de validação na determinação do nonilfenol.

$r^2$	Equação da reta	LD (mg L <sup>-1</sup> )	LQ (mg L <sup>-1</sup> )
0,9991	$y = 37,85x + 0,2418$	0,0068	0,0227

Utilizou-se extração em fase sólida (SPE) com o intuito de retirar possíveis interferências em amostras ambientais. O cartucho empregado foi C18 Discovery® DSC de 3 mL contendo 500 mg do adsorvente. O condicionamento foi efetuado através da adição de 4 mL de MeOH e 4 mL de água. Logo após percolou-se 100 mL de amostra, secou-se e eluiu-se com 4 mL de metanol, ou hexano ou diclorometano.

As recuperações obtidas com os três solventes foram acima de 60%. Através do metanol encontraram-se recuperações acima de 90%, mas com desvios padrão elevados. Com o solvente hexano verificou-se maior reprodutibilidade.

## Conclusões

A metodologia desenvolvida demonstrou ser eficiente na determinação de nonilfenol obtendo-se limites de detecção e quantificação adequados, e boa linearidade. Os valores de recuperação comprovaram o emprego da SPE, como uma técnica relevante na separação de interferentes e concentração do nonilfenol, mas ainda são necessários testes com o intuito de aperfeiçoar os resultados para seu uso em amostras ambientais.

## Agradecimentos

Faperj – DCTR – 112.578/2012  
UFRRJ / PROIC

<sup>1</sup> WHO/IPCS, 2002.

<sup>2</sup> Tolls, J.; Kloepper-Sams, P.; Sijm, D. T. H. M. *Chemosphere*.1994, 29, 693.