

Otimização do método QuEChERS para determinação de bifenilas policloradas em lodo de esgoto

Ana Luíza Pereira Arcaño¹(IC), Mariana Ribeiro Maia¹(PG), Flaviano Oliveira Silvério^{1*} (PQ), Gevany Paulino de Pinho¹(PQ), *flavianosilverio@ufmg.br

¹Instituto de Ciências Agrárias (ICA/UFMG) - Campus Montes Claros. Avenida Universitária, 1000 - Bairro Universitário - Montes Claros – MG - CEP: 39.404-547.

Palavras Chave: Método QuEChERS, lodo de esgoto, bifenilas policloradas.

Introdução

O lodo de esgoto é o resíduo sólido gerado pelas Estações de Tratamento de Esgoto (ETEs), que apresenta elevado teor de material orgânico. Por isso, este resíduo pode ser empregado para fins agrícolas e florestais como condicionador de solos ou fertilizante.¹ Entretanto, este material pode apresentar contaminantes químicos como as bifenilas policloradas, conhecidas por PCBs (do inglês *polychlorinated biphenyl*).² Estas substâncias são altamente tóxicas e carcinogênicas aos seres humanos.³ Este trabalho teve como objetivo otimizar o método QuEChERS para extração de seis bifenilas policloradas por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (CG-EM).

Resultados e Discussão

A sequência de etapas realizadas no método QuEChERS são apresentadas na Figura 1.

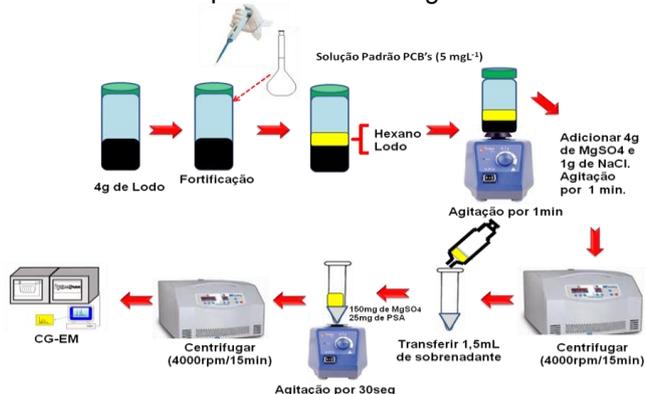


Figura 1. Sequência de etapas do método QuEChERS otimizado.

Os parâmetros otimizados do método QuEChERS foram a fase extratora, adsorvente, quantidade de amostra e volume do sobrenadante. As porcentagens de recuperação em cada fase extratora são apresentadas na Figura 2.

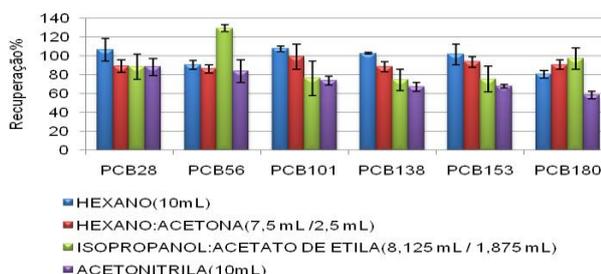


Figura 2. Porcentagens de recuperação em cada fase extratora.

37ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

A fase extratora constituída apenas por hexano apresentou maiores taxas de recuperação (acima de 91%) e os menores desvios padrão relativo (inferiores a 10%) para as seis PCBs analisadas.

Na etapa de limpeza dos extratos foram avaliados quatro adsorventes (PSA, sílica, alumina e florisil), o resultado é apresentado na Tabela 1.

Tabela 1. Porcentagens de extração e desvio padrão relativo (DPR) de cada metodologia utilizando adsorventes diferentes.

Adsorventes	Porcentagem de recuperação	DPR
PSA ^a	91-104%	2-10%
Sílica	85-114%	13-18%
Alumina	86-125%	4-11%
Florisil	87-119%	7-16%

^a Do inglês *primary secondary amine*

Dentre os quatro adsorventes estudados, a metodologia utilizando alumina foi a que apresentou as porcentagens de recuperação e DPR mais similares ao PSA, adsorvente mais utilizado do método QuEChERS original. Também foram avaliadas cinco massas de amostras (10g, 8g, 6g e 4g), sendo que o melhor resultado foi encontrado com 4 g de amostra. De forma semelhante, foram avaliados três volumes do sobrenadante (1,5mL; 2,0mL e 3,0mL). O melhor resultado foi encontrado quando se usou 1,5 mL por proporcionar maior limpeza dos extratos.

Conclusões

Dentre as quatro fases extradoras estudadas, o hexano foi o mais eficiente, pois apresentou as maiores taxas de recuperação e os menores DPR. A alumina foi o adsorvente mais eficiente na remoção de interferentes dos extratos de lodo de esgoto. Os menores valores de massa de amostra e volume de sobrenadante proporcionaram melhor limpeza dos extratos e maior facilidade na execução do método.

Agradecimentos

Os autores agradecem à FAPEMIG, CAPES, CNPq, COPASA, FUMP e UFMG.

¹Ozcan, S.; Tor, A.; Mehmet, E. A. *Clean – Soil, Air, Water*, 2013, 41 (4), 411–418.

²Dabrowska, L.; Rosinska, A.; *Chemosphere*, 2012, 88, 168–173.

³Souza Pereira, M.; Kuch, B.; *Chemosphere*, 2005, 60, 844–853.