

## Determinação de bifenilas policloradas em lodo de esgoto por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas

Mariana Ribeiro Maia<sup>1</sup>(PG), \*Gevany Paulino de Pinho<sup>1</sup>(PQ), Flaviano Oliveira Silvério<sup>1</sup>(PQ), Ana Luíza Pereira Arcanjo<sup>1</sup>(IC)  
\*gevanyp@ufmg.br

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

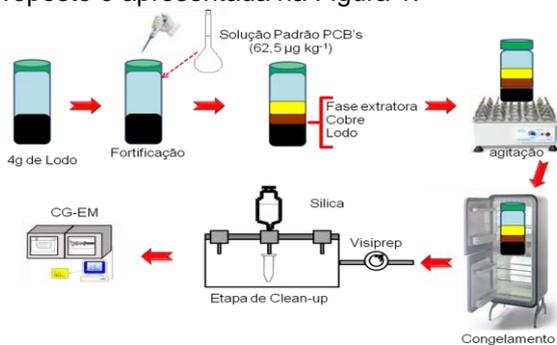
Palavras Chave: bifenilas policloradas, método de extração, lodo de esgoto.

### Introdução

Lodo de esgoto é o resíduo sólido obtido nas estações de tratamento de esgoto (ETEs), com potencial uso agrícola devido ao teor de matéria orgânica. Entretanto, este resíduo pode apresentar contaminantes químicos como as bifenilas policloradas, conhecidos por PCBs (do inglês *polychlorinated biphenyl*). Estas substâncias são altamente tóxicas e apresentam elevado potencial carcinogênico. Neste sentido, este estudo, teve como objetivo a otimização e validação da extração sólido-líquido com purificação em baixa temperatura (ESL-PBT) de PCBs em lodo de esgoto. As análises foram realizadas por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (CG-EM).

### Resultados e Discussão

Neste estudo foram otimizados a fase extratora, a quantidade de cobre metálico e o modo de agitação. As seqüências de etapas do método proposto é apresentada na Figura 1.



**Figura 1.** Sequências de etapas da extração sólido-líquido com purificação em baixa temperatura.

Os melhores resultados da otimização foram obtidos quando realizados com 4,0 g de lodo e fase extratora constituída de 6,5 mL de isopropanol e 1,5 mL de acetato de etila. A eliminação de enxofre foi mais eficiente com 1,5 g de cobre metálico em pó. Este sistema foi homogeneizado em banho ultrassônico por 15 min seguido de agitação por uma hora a 40°C. O sistema obtido foi submetido ao congelamento por duas horas. Após este período, a fase orgânica líquida foi submetida ao *clean-up* com sílica e analisada por CG-EM.

Após otimização, foram avaliadas a seletividade, linearidade, exatidão, precisão, limite de detecção (LD) e limite de quantificação (LQ) conforme as normas do INMETRO (2010)<sup>1</sup>.

As porcentagens de recuperação foram obtidas entre 98 a 117%. Os limites de detecção e quantificação foram 1,32 e 4,00  $\mu\text{g L}^{-1}$ , respectivamente. O método mostrou-se seletivo e linear com coeficiente de correlação superior a 0,99 (Tabela 1). Estes valores são inferiores aos estabelecidos pela Resolução Conama n°420 de 2009.

**Tabela 1.** Limites de detecção (LD) e quantificação (LQ) e coeficiente de correlação (R) do método

PCB	t <sub>R</sub> (min)	R	LD ( $\mu\text{g L}^{-1}$ )	LQ ( $\mu\text{g L}^{-1}$ )
28	11,20	0,9917	1,32	4
52	11,80	0,9934	1,32	4
101	13,54	0,9927	1,32	4
138	15,40	0,9936	1,32	4
153	16,02	0,9914	1,32	4
180	16,21	0,9945	1,32	4

A exatidão foi avaliada através da taxa de recuperação obtida em três níveis de concentrações (Tabela 2), que variaram de 68 a 94%. Já a precisão foi avaliada através do DPR, o qual foi inferior a 18%, mostrando-se adequado, pois para amostras complexas são aceitos valores inferiores a 20<sup>2</sup>.

**Tabela 2.** Exatidão e precisão do método

PCB	Recuperação (%) (média $\pm$ DPR)		
	4 $\mu\text{g L}^{-1}$ (n=3)	8 $\mu\text{g L}^{-1}$ (n=7)	20 $\mu\text{g L}^{-1}$ (n=3)
28	83 $\pm$ 12	87 $\pm$ 18	86 $\pm$ 16
52	82 $\pm$ 5	89 $\pm$ 5	85 $\pm$ 11
101	89 $\pm$ 14	77 $\pm$ 6	84 $\pm$ 12
138	86 $\pm$ 11	61 $\pm$ 12	88 $\pm$ 7
153	94 $\pm$ 15	64 $\pm$ 11	91 $\pm$ 6
180	82 $\pm$ 16	66 $\pm$ 13	84 $\pm$ 11

n = número de repetições.

### Conclusões

O método otimizado e validado mostrou-se eficiente na extração de bifenilas policloradas em lodo de esgoto com porcentagens de extração superiores a 82% em baixas concentrações.

### Agradecimentos

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

<sup>1</sup> Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (INMETRO). 2010. DOQ-CGCRE-008.

<sup>2</sup> Ribani, M.; Bottoli, C. B. G.; Collins, C. H.; Jardim, I. C. S. F.; Melo, L. F. C. *Química Nova*, 2004, 27(5), 771-780.