

Estudo da extração em fase sólida de nitrosaminas específicas de tabaco com determinação por GC-NCD

Fabiana A. Soares^{1,2} (PG), Bruno Bittar Simões Costa (IQ)¹, Carlos E. Cardoso^{1,3} (PQ), Simone C. Chiapetta¹ (PQ) e Wagner F. Pacheco² (PQ)*

¹ Instituto Nacional de Tecnologia (INT/MCTI), Rio de Janeiro, RJ.

² Universidade Federal Fluminense (UFF), Niterói, RJ.

³ Universidade Severino Sombra (USS), Vassouras, RJ.

* E-mail: fabiana.soares@int.gov.br

Palavras-Chave: Extração em fase sólida, nitrosaminas,

Introdução

Nitrosaminas são compostos cuja característica estrutural comum é a presença do grupo funcional N-NO. Estes compostos tem sido relatados como carcinogênicos e estudados em várias matrizes, tais como alimentos, produtos farmacêuticos, amostras ambientais de água, solo e ar, agrotóxicos, borracha e cosméticos, entre outros¹. A determinação de contaminantes traços tais como as nitrosaminas requer o isolamento e a subsequente concentração do analito a partir da matriz, a fim atingir limites de detecção mais baixos. A extração em fase sólida (SPE) é adequada para este tipo de problema analítico, requer aparelhagem mais simples, proporciona vantagens frente à extração líquido-líquido e reduz substancialmente o consumo de solvente e o tempo requerido para o preparo da amostra para análise. Assim, no presente trabalho foi estudado a eficiência de diferentes cartuchos de SPE para nitrosaminas específicas de tabaco (NNN, NAB e NNK), analisadas por cromatografia a gás com detecção por quimiluminescência de nitrogênio (GC-NCD) como alternativa a norma Coresta n^o72².

Resultados e Discussão

O estudo da SPE foi realizado em cinco tipos de cartuchos distintos: Spe-ed Flo (Applied Separations), Strata-X (Phenomenex), Oasis HLB (Waters), Sep-pak plus C18 (Waters), Sep-pak plus CN (Waters). Os cartuchos foram condicionados com 2 mL de diclorometano, em seguida 1 mL de padrão, em diclorometano, foi adicionado, e a eluição realizada com adição e recolhimento de 6 frações de 500 µL de cada solvente. Os solventes de eluição utilizados foram: diclorometano, acetato de etila, clorofórmio e metanol.

O volume de extração para todos os cartuchos estudados variou de 1,5 a 2 mL.

Pode-se observar na Tabela 1 uma recuperação baixa para as nitrosaminas estudadas quando utilizado o cartucho de Spe-ed Flo (florisil - silicato de magnésio). Como as nitrosaminas são espécies de alta polaridade³ a baixa recuperação pode ser atribuída para uma sorção irreversível na fase sólida. Isso também explica o fato de que o melhor

solvente para esse cartucho tenha sido o metanol (mais polar entre os estudados).

Já quando se usou o cartucho Strata-X foi obtido uma recuperação média de 88,1, isso pode ser explicado pela natureza mais hidrofóbica do mesmo em relação ao Spe-ed Flo.

Avaliando os demais cartuchos, pode-se observar resultados semelhantes, apesar de possuírem diferentes características.

Tabela 1. Resultado do estudo da pré-concentração de nitrosaminas.

Cartucho	Florisil	Strata-X	Oasis HLB	Sep-pak plus C18	Sep-pak plus CN
Solvente	CH ₃ OH	C ₄ H ₈ O ₂	CH ₂ Cl ₂	CH ₂ Cl ₂	CHCl ₃
NNN (%)	58,3	87,8	95,9	93,6	100,1
NAB (%)	57,9	83,4	94,7	94,2	91,6
NNK (%)	14,9	93,1	91,2	90,5	90,7
Média	43,7	88,1	93,9	92,8	94,1

Conclusões

O estudo realizado demonstrou que os cartuchos Sep-pak plus C18 e CN podem ser utilizados como alternativos ao Oasis HLB preconizado na norma Coresta n^o72. Outra vantagem é a possibilidade de utilizar diferentes solventes do estabelecido pela norma, com altos percentuais de recuperação e permitindo pré-concentração por redução de volume.

Agradecimentos

CNPq

1 Filho, P. J. S.; Shiu, K.; Zanin, K. D.; Caramão, E. B.; Garcia, R. C.; Rios, A. e Valcárcel, M. *Quim. Nova.* **2003**, *26*, 196.

2 Coresta Recommended Method N^o 72, julho de 2013

3. Nawrocki, Jacek e Andrzejewski, Przemyslaw. Nitrosamines and water. *Journal of Hazardous Materials.* 2011, Vol. 189.