

## Determinação de benzo[b]nafto[2,3-d]tiofeno em sedimento por fosforimetria na temperatura ambiente e em substrato sólido.

Carlos E. Cardoso<sup>1,2\*</sup> (PG) e Ricardo Q. Aucélio<sup>1</sup> (PQ)

<sup>1</sup> Departamento de Química, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro (PUC-RJ), Rio de Janeiro, RJ 22453-900.

<sup>2</sup> Centro de Ciências Exatas, Tecnológicas e da Natureza, Universidade Severino Sombra (USS), Vassouras, RJ 27700-000.

\* E-mail: cardoso@uss.br

Palavras-Chave: Fosforescência, Benzo[b]nafto[2,3-d]tiofeno, Sedimento.

### Introdução

As fontes antropogênicas de hidrocarbonetos estão associadas à entrada de petróleo e derivados no mar, através do escoamento urbano, efluentes, atividades de embarcações, transporte e produção em áreas *offshore*, além de acidentes diversos. Recentemente, sedimentos de rios, lagos e oceanos contaminados têm-se tornado assunto de interesse<sup>1</sup>, pois podem ser um importante meio de avaliação da poluição já que estão predispostos a rápidas trocas da composição com a coluna de água. As estratégias utilizadas para a quantificação de hidrocarbonetos poliaromáticos, especialmente os tiofenos, têm sido baseadas em técnicas que envolvem prévia separação dos componentes da amostra e que são relativamente caras e trabalhosas. Alternativamente, trabalhos envolvendo a Fosforimetria na Temperatura Ambiente e Superfície Sólida têm sido desenvolvidos como interessantes abordagens em termos de seletividade<sup>2</sup>. Neste trabalho, as características fosforescentes do benzo[b]nafto[2,3-d]tiofeno (BNT) foram estudadas e as condições experimentais e instrumentais otimizadas para a maximização do sinal fosforescente. A aplicabilidade da técnica na determinação de um composto sulfurado em uma amostra ambiental complexa foi demonstrada.

### Resultados e Discussão

Este trabalho foi realizado em um espectrofluorímetro Perkin-Elmer LS-55. As amostras e brancos foram depositadas em papel de filtro tratado<sup>3</sup> e colocadas em um acessório para substrato sólido mantido sob atmosfera inerte. A influência de íons de átomos pesados ( $I^-$ ,  $Tl^+$ ,  $Pb^{2+}$ ,  $Hg_2^{2+}$  e  $Ag^+$ ) e de um modificador de superfície (dodecilsulfato de sódio, SDS) na fosforescência do BNT foi estudada. Além destes, parâmetros instrumentais também foram otimizados. Os melhores resultados foram obtidos com  $Tl^+$  e com  $Pb^{2+}$ , ambos na presença de SDS e no pH natural da solução ( $pH \approx 6,0$ ). Como o sinal induzido pelo  $Tl^+$  foi cerca de 5 vezes superior, esta condição mostra-se favorável quando maior sensibilidade é requerida numa matriz simples. Quando seletividade for exigida, o  $Pb^{2+}$  passa a ser a

melhor escolha por ser uma condição experimental pouco comum que não induz fosforescência nos principais interferentes presentes no sedimento (criseno, pireno e dibenzitiofeno). As condições otimizadas estão apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1. Condições otimizadas para o BNT.

| Condição                                       | 1 (sensibilidade) | 2 (seletividade) |
|------------------------------------------------|-------------------|------------------|
| $\lambda_{excitação} / \lambda_{emissão}$ , nm | 273/545           | 270/547          |
| Átomo pesado, mol L <sup>-1</sup>              | $Tl^+$ 0,25       | $Pb^{2+}$ 0,25   |
| SDS, mol L <sup>-1</sup>                       | 0,01              | 0,07             |
| Tempo de retardo, ms                           | 0,1               | 0,1              |
| Tempo de abertura do detector, ms              | 9,0               | 9,0              |

\* velocidade de varredura: 600 nm min<sup>-1</sup>, banda espectral de passagem 10 nm.

Na condição 1 construiu-se curvas analíticas de 4 ordens de magnitude de onde o limite de detecção absoluto de 0,6 ng foi estimado. Na condição 2, a determinação seletiva foi realizada usando amostras de sedimento certificado (IAEA-417) enriquecido com BNT. A recuperação de analito foi de  $101,5 \pm 7,4\%$ ,  $n=6$ , indicando que o método pode ser aplicado na análise de amostras complexas.

### Conclusões

O presente estudo mostrou o desenvolvimento de uma metodologia fosforescente para a determinação de traços de BNT em amostras complexas como sedimento. Além da grande sensibilidade observada, o efeito externo do átomo pesado pode inferir grande seletividade às determinações.

### Agradecimentos

CNPQ, Petrobrás.

<sup>1</sup> VENTURINI, N. et al. Braz. J. Ocenog., **2004**, 52, 2, 123-134.

<sup>2</sup> T. Vo-Dinh; Chemical analysis series, **1994**, 68.

<sup>3</sup> CARDOSO, C. E., MARTINS, R. O. R., AUCÉLIO, R. Q., in 27ª Reunião Anual da SBQ e XXVI Congresso Latinoamericano de Química, Livro de resumos, Salvador: SBQ, **2004**.