

## Avaliação de diferentes fibras de SPME na extração de clorofenóis sem derivatização com análise direta pela técnica de FIMS.

Rogério C. L. Silva<sup>\*1</sup> (PQ); Sergio A. Saraiva <sup>1</sup>(PG); Marcos N. Eberlin<sup>1</sup> (PQ).  
qr SILVA2001@yahoo.com.br

<sup>1</sup> Laboratório Thomson de Espectrometria de Massas – Instituto de Química - Unicamp – Campinas/SP Brasil.

Palavras Chave: SPME, FIMS, MS, clorofenóis.

### Introdução

A Microextração em Fase Sólida (SPME) junto a Espectrometria de Massas (MS) mostra-se com grande desenvolvimento em análise de diversos tipos de analitos nos mais variados tipos de matrizes seguidos principalmente do acoplamento da cromatografia gasosa e cromatografia líquida de alta eficiência. O acoplamento direto entre SPME e a MS, denominada de FIMS (Espectrometria de Massas por Indução via Fibra)<sup>1</sup> a fibra contendo os analitos extraídos é inserida diretamente no interior da fonte de ionização do espectrômetro de massas, entre os filamentos aquecidos. Em FIMS, a combinação do alto vácuo e aquecimento pela radiação dos filamentos do espectrômetro de massas causam a dessorção uniforme dos analitos da fibra, que são imediatamente ionizados a 70 eV produzindo fragmentos iônicos característicos.

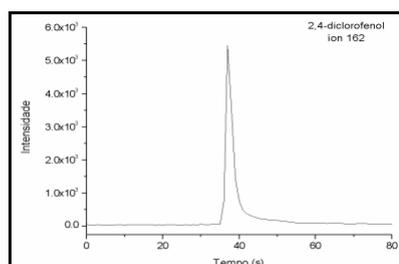
Os clorofenóis são um grupo de 19 compostos organoclorados com cloro substituídos no anel fenólico. Traços de poluentes orgânicos, na qual incluem os compostos organoclorados, representam um dos principais interesses ambientais, devido à alta toxicidade, pouca biodegradabilidade e propriedades carcinogênicas, etc. Neste trabalho, as fibras de SPME, a 65  $\mu\text{m}$  PDMS/DVB e 85  $\mu\text{m}$  PA foram avaliadas na extração de clorofenóis sem a derivatização com análise direta por FIMS. Parâmetros na extração como tempo de extração, força iônica do meio, e pH foram avaliados para o desenvolvimento da metodologia analítica. A análise dos clorofenóis foi realizada por monitoramento de íon seletivo (SIM) sendo os íons diagnósticos de razão  $m/z$  obtidos dos espectros da biblioteca NIST.

### Resultados e Discussão

Os íons diagnósticos dos clorofenóis selecionados para análise por FIMS foram:  $m/z$  107 do 4-cloro-3-metilfenol;  $m/z$  128 do 2-clorofenol;  $m/z$  162 do 2,4-diclorofenol;  $m/z$  196 do 2,4,6-triclorofenol e  $m/z$  266 para o pentaclorofenol.

Os melhores resultados quanto ao efeito da força iônica e pH foram de 10 % e pH 1, respectivamente. O melhor tempo de extração foi de 30 min para a fibra PDMS/DVB e 45 min para PA. A Figura 1 mostra um exemplo para os perfis de sinais analíticos obtidos

dos íons diagnósticos monitorados em modo SIM dos clorofenóis nas análises por FIMS.



**Figura 1.** Perfis do sinal analítico obtido por FIMS com a fibra 85  $\mu\text{m}$  PA para o monitoramento do íon diagnóstico  $m/z$  162 do 2,4 diclorofenol (10,0  $\mu\text{g L}^{-1}$ ).

**Tabela 1** Curvas analíticas obtidas da extração de clorofenóis sem derivatização em solução aquosa com fibra PA de 85  $\mu\text{m}$ . Tempo de extração 45 min, pH 1, força iônica do meio 10%.

Íons $m/z$	r	Curva analítica	LD	LQ
107	0,997	$y=1516x+11150$	2,2	7,3
128	0,9821	$y=1036x+11930$	3,7	12,3
162	0,9959	$Y=22034x+3258$	1,9	6,4
196	0,9751	$Y=3049x+28639$	1,3	4,4
266	0,9964	$y=2141x-1632$	0,4	1,2

\* LD e LQ -  $\mu\text{g L}^{-1}$ . Íons:  $m/z$  107 – 4-cloro-3-metilfenol;  $m/z$  128 – 2-clorofenol;  $m/z$  162 – 2,4-diclorofenol;  $m/z$  196 – 2,4,6-triclorofenol;  $m/z$  266 - pentaclorofenol.  $a$  = coeficiente angular;  $b$  = coeficiente linear;  $r$  = coeficiente de correlação. Faixa linear de 12,5  $\mu\text{g L}^{-1}$  a 400  $\mu\text{g L}^{-1}$ .

A metodologia desenvolvida foi aplicada na extração de clorofenóis em amostras de água mineral e de rio dopadas em níveis de concentrações de 50  $\mu\text{g L}^{-1}$ . Bons percentuais de recuperação foram obtidos sendo de 86 a 107 % em água mineral e 102 a 131% a água de rio.

### Conclusões

As fibras PDMS/DVB e PA apresentaram bons resultados quanto aos LD e LQ, sendo para a fibra de PA uma melhor resolução de sinal analítico. A metodologia desenvolvida pode ser aplicada na quantificação de clorofenóis em água.

### Agradecimentos

Agradecimentos a FAPESP, e UNICAMP.

*Sociedade Brasileira de Química ( SBQ)*

<sup>1</sup> Meurer, E.C; Tomazela, D.M; Silva; Augusto, F; Eberlin, M. N.  
*Analytical Chemistry*. 74, **2002** 5688-5692