

Análise por SPME-GC/MS de Compostos Orgânicos em Amostras de Água da Bacia do Rio Doce (MG): Otimização dos Parâmetros

Zenilde G.G. Viola^{1,2} (PG)*, Tatiana N. Parreiras³ (IC), Rodinei Augusti³ (PQ), Francisco A.R. Barbosa¹ (PQ), Fabrício V. Parreira⁴ (PQ), Zenilda L. Cardeal³ (PQ).

*zenildeg@yahoo.com.br

1- Programa de PG em ECMVS – Instituto de Ciências Biológicas da UFMG

2- Instituto Mineiro de Gestão das Águas (IGAM)

3- Departamento de Química – Instituto de Ciências Exatas – UFMG

4- Fundação Centro Tecnológico de Minas Gerais (CETEC)

Palavras Chave: compostos orgânicos, SPME-GC/MS, otimização, Bacia do Rio Doce.

Introdução

Atualmente, várias técnicas têm sido empregadas para a extração e pré-concentração de analitos orgânicos provenientes de amostras de água, para posterior análise por cromatografia a gás (GC). Dentre estas técnicas, destaca-se a microextração em fase sólida (SPME), desenvolvida por Pawliszyn e colaboradores¹, que se baseia na adsorção de compostos orgânicos por uma fibra de sílica quimicamente modificada. Neste trabalho, os parâmetros que afetam o desempenho da extração SPME foram otimizados e tais condições utilizadas na análise, por SPME-GC/MS, de amostras de água da Bacia do Rio Doce – MG

Resultados e Discussão

Foi preparada uma solução aquosa contendo tolueno (300 ppb), 2-etil-hexanol (300 ppb) e dieldrin (30 ppb). Foram avaliadas as seguintes fibras: CAR/PDMS 85µm, PDMS, Poliacrilato, PDMS/DVB, CAR/PDMS 75µm e CW/DVB. Para se determinar as melhores condições para SPME, a fibra CAR/PDMS foi selecionada e os seguintes parâmetros avaliados: agitação, tempo de extração, tempo de dessorção e temperatura da solução. Para cada análise, obteve-se as áreas absolutas dos picos cromatográficos através da seleção dos íons mais intensos nos respectivos espectros de massas (obtidos por EI a 70 eV): tolueno (m/z 91), 2-etil-hexanol (m/z 67), dieldrin (m/z 78). Com isso, definiu-se as seguintes condições de extração: tempo de extração (30 min), temperatura da solução mantida sob agitação (40°C) e tempo de dessorção (5 min). Com essas condições otimizadas, as diferentes fibras foram testadas analisando-se as soluções padrão e, também, uma “amostra real” (uma mistura de várias águas coletadas na Bacia do Rio Doce). Os resultados são mostrados nas Figuras 1 e 2, respectivamente.

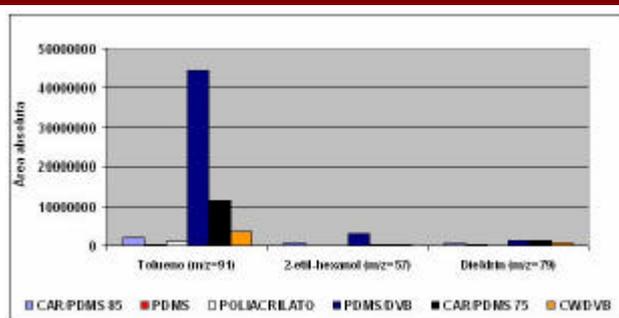


Figura 1. Resultados das análises das soluções padrão utilizando-se diferentes fibras de SPME.

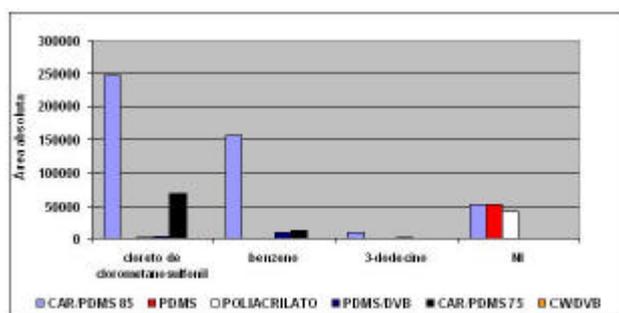


Figura 2. Resultados das análises da “amostra real” utilizando-se diferentes fibras de SPME.

Conclusões

O estudo com padrões mostrou que a fibra PDMS/DVB apresentou os melhores resultados. No entanto, os compostos da “amostra real”, sendo um deles não identificado (NI), foram melhor extraídos com as fibras Carboxen/PDMS e PDMS.

Agradecimentos

Ao IGAM, CETEC, CNPq e CAPES

¹ Santos, F. J.; Galceran, M.T.; Fraisse, D., J. Chromatography A. 1996, 742, 181-189.