

Planejamento Multivariado no Desenvolvimento de Metodologia para Determinação de HPA em Amostras Ambientais por CG-EM

Wilson A. Lopes (PQ)^{1*}, Nei C. Bahia (TC)¹, Liliane S. Conceição (TC)¹, Gisele O. da Rocha (PQ)², Fábio Oliveira (PQ)³, Pedro A. de P. Pereira (PQ)¹, Jailson B. de Andrade (PQ)¹ <wilopes@ufba.br>

¹ Instituto de Química – UFBA, Campus de Ondina, Salvador, BA,

² Instituto Multidisciplinar em Saúde – UFBA, Campus Anísio Teixeira, Vitória da Conquista, BA.

³ Centro de Ciências da Saúde - UFRB, Campus de Santo Antônio de Jesus, Santo Antônio de Jesus, BA.

Palavras Chave: otimização multivariada, HPA, CG-EM

Introdução

Os hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPA) geralmente são formados em processos de combustão incompleta da matéria orgânica. Os HPA são emitidos por diversas fontes de combustão (naturais ou antrópicas), por exemplo, veículos automotores, indústrias, queimadas etc. e estão presentes na atmosfera em fase vapor ou adsorvidos em material particulado. Após transformação química ou metabólica, os HPA são potenciais agentes cancerígenos e/ou mutagênicos, daí a importância de estudos sobre sua presença na atmosfera e outras matrizes ambientais^{i,ii}. Neste trabalho, utilizando os recursos do planejamento multivariado, foi desenvolvida uma metodologia analítica para separação, identificação e quantificação dos 16 HPA considerados como poluentes prioritários pela U.S. EPA em amostras ambientais, por CG-EMⁱⁱⁱ.

Resultados e Discussão

O planejamento multivariado foi utilizado para avaliar a significância das seguintes variáveis no método de CG-EM: temperatura inicial – TI (°C), velocidade de elevação de temperatura N° 1 – R1 (°C.min⁻¹), temperatura intermediária - TM (°C), velocidade de elevação da temperatura N° 2 – R2 (°C.min⁻¹) e temperatura final – TF (°C). Esses fatores foram definidos em função da potencial influência na separação dos analitos e no tempo de análise. A resposta utilizada baseou-se no tempo de análise (tA) e na resolução (R) dos seguintes pares de HPA: fenantreno e antraceno; benzo(a)antraceno e criseno; benzo(b)fluoranteno e benzo(k)fluoranteno; indeno(1,2,3-cd)pireno e dibenz(ah)antraceno. Os resultados do planejamento fatorial fracionário, após duas séries de experimentos (2⁵⁻² e 2⁴⁻²), indicaram que R1, TM e R2 foram significativas em 95% de confiança (Figura 1). A partir dessas variáveis, usando o planejamento Box-Behnken, foi obtido o gráfico com a superfície de resposta e definidas as condições otimizadas para a melhor separação no menor tempo de análise (Figura 2). O cromatograma obtido nas condições otimizadas, apresentado na Figura 3, demonstra a separação dos 16 HPA, com

resultados considerados como excelentes, no tempo total de análise de 33 minutos.

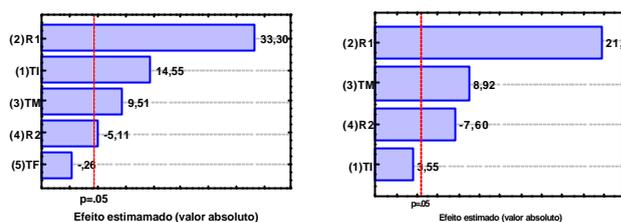


Figura 1. Gráficos de Pareto dos fatores estudados.

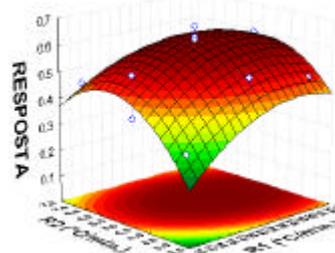


Figura 2. Superfície de resposta Box-Behnken.

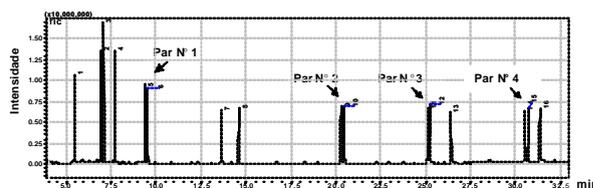


Figura 3. Cromatograma dos 16 HPA (CG-EM).

Conclusões

O planejamento multivariado mostrou-se apropriado como recurso para otimização da separação cromatográfica (CG-EM), possibilitando a melhoria da resolução, bem como a redução no tempo total de análise, de 45-60 min. para 33 min., facilitando a sua aplicação em análise de rotina.

Agradecimentos

CNPq, Finep, Fapesb, Pronex, Aneel, Capes.

ⁱ Lopes, W. A.; de Andrade, J. B.; Química Nova 1996, 19, 497.

ⁱⁱ Pereira, P. A. de P.; de Andrade, J. B.; Miguel, A. H.; *J. Environ. Monit.*, **2002**, *4*, 558.

ⁱⁱⁱ Barros Neto, B.; Scarmino, I. S.; Bruns, R. E.; *Como Fazer Experimentos: Pesquisa e Desenvolvimento na Ciência e na Indústria*. Editora Unicamp: Campinas, 2003.