

# Quantificação de hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPAs) em sedimento e solo usando ultra-som e HPLC-UV

Rogério Chinelato de Souza\* (PG), Maria Auxiliadora Costa Matos\*\* (PQ)  
rogério\_chinelato@yahoo.com\*, maria.auxiliadora@ufjf.edu.br\*\*

NUPIS – Núcleo de Pesquisa em Instrumentação e Separação Analíticas, Departamento de Química, Instituto de Ciências Exatas, Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora – MG

Palavras Chave: HPA, HPLC, solo, sedimento.

## Introdução

Os hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPA) são poluentes amplamente dispersos, oriundos das mais variadas fontes de contaminação antrópicas sendo a mais significativa a queima de combustíveis. A EPA (EUA) fixou 16 HPAs como poluentes prioritários que são considerados possíveis ou prováveis carcinógenos. Matrizes como solo e sedimento são capazes de acumular estes compostos, sendo, bons indicadores de contaminação. O presente trabalho descreve a otimização de uma metodologia analítica para extração dos 16 HPAs prioritários por ultra-som e determinação por HPLC-UV em solo e sedimento.

## Resultados e Discussão

A análise foi realizada em um HPLC Agilent 1100 series, detector UV-VIS MWD, injetor manual (20  $\mu\text{L}$ ) e coluna de fase reversa C-18 Zorbax ODS (4,6 mm x 150 mm x 5  $\mu\text{m}$ ). Para a otimização da análise no HPLC foram estudados parâmetros como composição da fase móvel, fluxo e comprimentos de onda para detecção. Parâmetros cromatográficos como assimetria, fator de retenção e resolução foram avaliados obtendo-se valores aceitáveis. A condição ideal obtida empregou eluição por gradiente com fase móvel composta de acetonitrila e água. Foram necessários 25 min para eluição dos HPAs e mais 5 min para estabilização da condição inicial, com o total de 30 min de análise. Para a detecção foi realizada uma programação do comprimento de onda (224, 235, 254 e 254 nm), cujo valor variou ao longo da análise de modo a aumentar a sensibilidade do método. As curvas analíticas mostraram-se lineares na faixa de 0,20 a 1,00  $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$  e os coeficientes de correlação variaram de 0,9973 para o naftaleno a 0,9984 para flureno. Os limites de detecção variaram de 0,04  $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$  (pireno) a 0,06  $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$  (flureno, antraceno e fluoranteno) e os limites de quantificação de 0,013  $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$  a 0,020  $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ . Para otimização da extração foram avaliados procedimentos com e sem hidrólise alcalina, sendo esta última a melhor condição obtida. Amostras secas de sedimento e solo foram extraídas em ultra-som com uma mistura de diclorometano e metanol (1:1). Os extratos obtidos

foram concentrados em evaporador rotativo à vácuo, sendo fracionados em coluna cromatográfica contendo sílica e sulfato de sódio usando uma mistura de n-hexano e diclorometano (8:2) como eluente. A fração recolhida foi concentrada e analisada no HPLC. A recuperação obtida variou de 51 (naftaleno) a 92 % (flureno) com desvios-padrão relativos menores que 12 %. A separação e quantificação através desta metodologia mostrou-se eficaz para a determinação de 12 dos 16 HPAs com exceção dos compostos benzo(a)antraceno/criseno e indeno[1,2,3-cd]pireno/benzo(g,h,i)perileno que coeluiram (Figura 1). O método foi aplicado a 14 amostras de sedimento e 3 amostras de solo da Represa de São Pedro, localizada em Juiz de Fora/MG. Todas as amostras analisadas apresentaram valores abaixo do limite de quantificação do método.

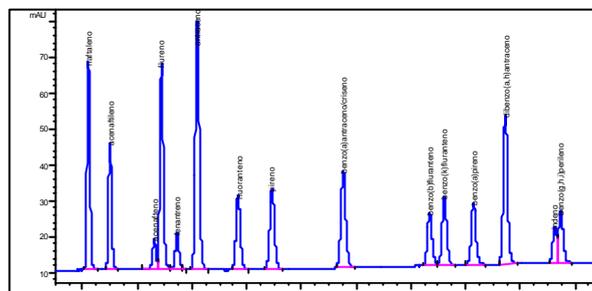


Figura 1. Cromatograma obtido para injeção de uma mistura padrão de 16 HPAs ( $0,80 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ ) no método descrito.

## Conclusões

O método proposto mostrou-se reprodutível e eficiente para extração, separação e quantificação de 12 HPAs. As análises apresentaram valores aceitáveis de acordo com os valores recomendados para a quantificação destes compostos em matrizes ambientais.

## Agradecimentos

LABQOM-IO/USP, FAPEMIG e PROPESQ/UFJF.

<sup>1</sup>Kuppithayanant, N., Rayanakorn, M., Wongpornchai S. Prapamontol T. e Deming, R.L. Talanta **2003**, 61, 879.

<sup>2</sup>Lourenço, R.A. Dissertação de mestrado, IO-USP, **2005**

*Sociedade Brasileira de Química ( SBQ)*

<sup>3</sup>Song, Y.F., Jing, X., Fleischmann, S. e Wilke, B.M. *Chemosphere*  
**2002**, 48, 993.