

Validação de método de análise de Tributilestanho (TBT) em tecido de ermitão *Clibanarius vittatus* (Decapoda, Anomura)

Joyce Cristale^{1*} (PG), Dayana Moscardi dos Santos² (PG), Sara Cardoso de Souza¹ (IC), Daniela Corsino Sandron¹ (IC), Bruno Sant'Anna² (PG), Alexander Turra² (PQ) e Mary Rosa Rodrigues de Marchi¹ (PQ). *fantajoyce@hotmail.com

¹Instituto de Química de Araraquara – UNESP – Campus de Araraquara, SP

²Instituto Oceanográfico – USP- São Paulo, SP

Palavras Chave: tributilestanho (TBT), contaminação marinha, cromatografia gasosa

Introdução

O TBT (tributilestanho) é utilizado principalmente como agente anti-incrustante em tintas náuticas, e casos de contaminação em estuários (sedimento, material particulado e organismos) por TBT e seus produtos de degradação (DBT – dibutilestanho, MBT – monobutilestanho) tem sido muito reportado nos últimos anos. Esses compostos podem causar alterações hormonais em diversos organismos, ocasionando inclusive efeitos de intersexualidade. O ermitão *Clibanarius vittatus* (Decapoda, Anomura) vive em regiões próximas a estuários, fato que o gabarita como um potencial indicador da presença de TBT, uma vez que a intersexualidade em ermitões na costa brasileira já foi detectada¹. O objetivo deste trabalho foi desenvolver e validar método de análise de TBT em tecido de ermitão, uma vez que a literatura traz apenas método validado para moluscos e peixes.

Experimental

O método utilizado, foi adaptado de Fernandez e col.², que analisaram moluscos. O procedimento de extração envolve a acidificação da amostra (1g de tecido) com HCl seguida de extração com tolueno e solução aquosa de pirrolidinadietilcarbamatato de amônio (agente complexante) em banho de ultrassom, derivação com reagente de Grignard, “clean up” utilizando alumina e concentração do extrato até 100 µL. As análises foram feitas por GC-PFPD, coluna DB5 (5% fenil, metilpolisiloxano, 30m x 0,25 mm x 0,25 µm), volume de injeção de 2 µL (splitless/split).

O intervalo de linearidade do equipamento para TBT situou-se entre 26,4 e 924 ng/mL, com CV médio entre as injeções das soluções padrão de 11%, e coeficiente de correlação de 0,9675.

Para validação analítica a estratégia escolhida incluiu a utilização de material de referência certificado (tecido de molusco, ERM- CE477 – European Reference Materials) e amostras de ermitão (coletadas em São Vicente, SP) enriquecidas com o analito em dois níveis de concentração (26,4 e 66,0 ng/g). Para avaliação da seletividade do método foram utilizadas amostras testemunha (ermitão sem a adição do analito) e 32ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

brancos de laboratório. Todas as análises foram efetuadas em triplicata.

Resultados e discussão

Em todas as amostras testemunha foi detectada a presença de TBT demonstrando a ocorrência de contaminação desses organismos, na região de onde foram coletados. A concentração média encontrada nas amostras testemunha foi subtraída do valor encontrado para as amostras enriquecidas. O limite de quantificação do método foi estabelecido como sendo 26,4 ng/g de TBT em tecido de ermitão, pela recuperação acima de 60% considerada adequada para este nível de concentração em amostras complexas e pelo excelente precisão (CV = 3%). A recuperação obtida para o material de referência também foi adequada, apresentando extidão de 98% com precisão de 12%. Estes dos estão de acordo com o preconizado pela EURACHEM³ e IUPAC⁴ para validação de métodos analíticos. A Tabela 1 apresenta os resultados obtidos.

Tabela 1 – Resultados obtidos na validação de método de análise de TBT em tecido de ermitão (n=3)

Amostra	Recuperação (%)	CV (%)
Fortificação (66,0 ng TBT / g de tecido)	97 ± 12	12
Fortificação (26,4 ng TBT / g de tecido)	62 ± 2.	3
250 mg de CRM (Molusco) (2,2 ng TBT/mg)	98 ± 12	12

Conclusões

O método otimizado apresentou exatidão, precisão, seletividade e limite de quantificação adequados à sua aplicação ao estudo da contaminação por TBT de ermitões na costa brasileira. conforme projeto FAPESP em desenvolvimento. Na literatura não existe método validado para análise de TBT em crustáceos.

Agradecimentos

FAPESP, CAPES, CNPq e FACTER

¹ Turra. A. *Revista Brasileira de Zoologia*, 2005, 22, 313.

² Fernandez et al. , *Marine Environmental Research*, 2005,59, 435

³ EURACHEM/CITAC *Guide to Quality in Analytical Chemistry*, 2002

⁴ Thompson, M; Ellison, S.L.R.; Wood, R. 2002 *Pure Appl. Chem.*, 74, 835