

Desenvolvimento de metodologias rápidas para a determinação de compostos orgânicos em análises ambientais.

Daniel L. Bhering (PQ)^{*}; Fábio M. Trintinalia (PQ); Fabiana Imagawa (PQ); Lídia Katsuoka (PQ); Evelyn Schevciw (PQ), Luciana E. Fuji (PQ); Roberta Collazo (PQ) e-mail: dbhering@corplab.net

Corplab – Environmental Analytical Services, Rua Galatéa, 1824, Santana, São Paulo, SP.

Palavras Chave: Cromatografia gasosa, espectrometria de massas, VOC, SVOC, meio ambiente.

Introdução

Os compostos orgânicos de interesse para monitoramento segundo sua toxicidade e periculosidade em matrizes ambientais apresentam-se através de uma extensa listagem de compostos e de diferentes funções químicas. Estes compostos são caracterizados através de protocolos como o da agência americana de proteção ambiental (US EPA)1. O objetivo desse trabalho é mostrar a utilização de colunas capilares com alto poder de resolução cromatográfica, de diâmetros de 0.18mm e comprimento de 20m no desenvolvimento de análises ambientais mais rápidas e sensíveis, adequadas à rotina de um laboratório de prestação de serviço.

Experimental

Três estudos de desenvolvimento foram efetuados, um para as análises de compostos orgânicos voláteis (VOC) analisados pela metodologia USEPA 8260C, e dois procedimentos para a metodologia USEPA 8270D, um enfocando os compostos orgânicos semivoláteis (SVOC), e outro para o subgrupo de hidrocarbonetos poliaromáticos (PAH). A rotina de análise foi conduzida em equipamentos CG/MS Agilent 7890/5975N, equipados com injetor líquido automático (SVOC e PAH) ou com autoamostrador do tipo headspace (VOC). As colunas utilizadas foram da J&W com 0,18mm x 20 m. Para VOC utilizou-se a DB-VRX de 1,0 µm de filme e para SVOC e PAH uma DB-5MS de 0,18 µm de filme. Os desenvolvimentos foram efetuados através de amostras preparadas a partir de padrões primários.

Resultados e Discussão

Uma vez que a análise de voláteis orgânicos é sensível ao tempo de espera, o método foi desenvolvido para alta produtividade analítica. Foi utilizada uma estratégia de alta razão de split 60:1, e condições de fluxo de gás carreador e taxa de aquecimento elevadas (até 36°C/min). O tempo de ciclo total do GC/MS foi de 10 minutos. O último analito elui em 8,7 minutos. A análise anteriormente utilizada o ciclo de injeção era de 50 minutos.

A temperatura inicial do forno foi reduzida para 45°C para melhorar a resolução dos primeiros seis gases, sem a necessidade de criogenia.

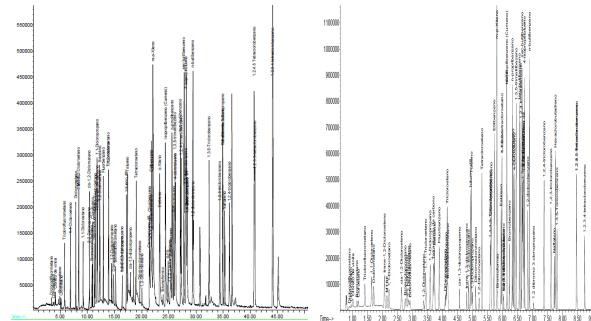


Figura 1: Análise de VOC em condições anteriores (50 minutos) e em coluna de 0.18 mm (9 minutos).

As condições para análise de VOC foram (Forno: 45°C, 3 min; 36°C/min, 190°C, 0 min; 20°C/min, 225°C (1 mim) (razão de Split: 60:1). Gás carreador (He): 1,5 ml/min. Faixa linear de (1.0 a 200 ppb). Injetor: 150°C, Linha de transferência: 200°C. J&W DB-VRX 0,18mm x 20 m x 1,0 µm.

Para as análises de SVOC e PAH a utilização de temperatura final do ensaio de 320°C faz com que os valores de pressão sejam muito elevados para a manutenção de fluxo de gás carreador constante ou da utilização de altas taxas de aquecimento. Nestas análises existe a exigência de limites muito baixos, que inviabilizam a utilização de altas razões de split. Para estas análises nossa abordagem foi a utilização de modo split (3,5:1) ou modo splitless com a utilização de condições de pressão constante para toda a análise cromatográfica.

Conclusões

Através da utilização de colunas de diâmetro de 0,18mm foi possível diminuir o ciclo de injeção da análise de VOC pela metodologia USEPA 8260 de 50 minutos para cerca de 10 minutos. Para a análise de SVOC foi possível redução de 40 minutos para 18 minutos, sendo que para os 16 hidrocarbonetos poliaromáticos (HAP) prioritários obteve-se um ciclo cromatográfico de 12 minutos. A coluna de 0,18 mm possibilita também uma melhor resolução de compostos que possuem coeluição.

Agradecimentos

Os autores agradecem a Corplab.