

Protocolo analítico utilizando *headspace* e cromatografia gasosa (HS-GC-PID) para a determinação de BTEX em água do mar

Márcia V. F. de Andrade (IC), Lincoln D. M. de Oliveira (PG), Rozane V. Marins (PQ), Rivelino M. Cavalcante (PQ).

Instituto de Ciências do Mar-LABOMAR, UFC, Laboratório de Biogeoquímica Costeira - setor de orgânicos.

Palavras Chave: *headspace*, hidrocarbonetos, BTEX, cromatografia gasosa, análise de água do mar

marciairca@ibest.com.br

Introdução

BTEX (benzeno, tolueno, etilbenzeno, *orto*-, *meta*- e *para*-xileno) é uma classe de poluentes que apresentam ponto de ebulição abaixo de 150 °C ou pressão de vapor acima de 0,01 kPa¹. São compostos extensivamente emitidos para o meio ambiente e considerados nocivos (efeitos neurotóxicos e carcinogênicos) mesmo em baixas concentrações². As principais metodologias de determinação de BTEX em matrizes aquosas são: por meio de amostragem direta da fase gasosa (*headspace* estático), enriquecimento do analito de interesse (*headspace* dinâmico, como Purge-&Trap) e por adsorção (como micro-extração em fase sólida-SPME). Entretanto existe uma grande escassez de metodologia aplicada à determinação de BTEX em matrizes aquosas ambientais salinas, como as águas encontradas em ambientes estuarinos e marinhos. Tendo em vista as dificuldades analíticas e os baixos níveis exigidos pelas legislações governamentais, o principal objetivo deste estudo é produzir um protocolo analítico simples, sensível e robusto utilizando a técnica de *headspace* e cromatografia gasosa (HS-GC) para a determinação de BTEX em água do mar.

Resultados e Discussão

Foi utilizado um amostrador por *headspace* estático (modulo de amostragem modelo Triplus HS) acoplado a um cromatógrafo gasoso Trace GC ultra, hifenizado com detector de fotoionização (PID) da marca Thermo. O protocolo analítico foi desenvolvido baseado nas melhores condições do modulo de amostragem de *headspace* direto (forno de aquecimento e braço robótico), anulação do efeito promovido pela matriz e condições cromatográficas. O estudo foi realizado em função da eficiência de recuperação (ER) e por meio de adição padrão.

As melhores condições do modulo de amostragem do *headspace* direto foi: 70°C (temperatura de aquecimento); 10 min. (tempo incubação) e 10 mL (volume de amostra), utilizando *vial* de 20 mL com lacre em alumínio e septo. Não foi verificada alteração do ER nos níveis de BTEX na variação da salinidade (0,3 ; 1,5; 3,0 e 6,0%) e pH (6,8 ; 7,6 e

8,4), demonstrando que o procedimento pode ser aplicado para águas de rio, estuário e marinha. Um dos efeitos matriz responsáveis pela subestimação dos níveis de BTEX é a decomposição microbiológica¹. Foi testado a acetona e o formaldeído (3, 6 e 8%) como modificador de matriz para a anulação do efeito da atividade microbiológica. Foi optado pela adição de formaldeído (3%) em vez de acetona devido à mesma co-eluir com o benzeno. A precisão, fidelidade e seletividade do procedimento, estimada em função do coeficiente de correlação (CV), não excederam respectivamente os limites de 6,65%, 10% e 1%, os quais podem ser considerados valores satisfatórios. O limite de detecção variou de 1 ppb (benzeno) a 6 ppb (tolueno). O protocolo analítico desenvolvido é de fácil preparo de amostra e rápido (Fig. 1).

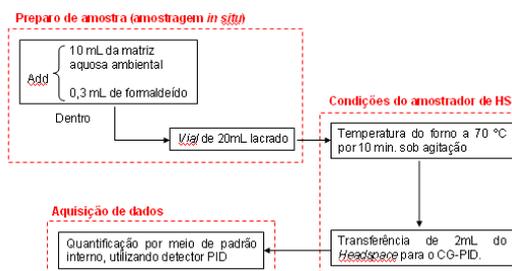


Fig.1. Representação do diagrama do protocolo analítico

Conclusões

O protocolo analítico desenvolvido é constituído de duas etapas rápidas com fácil preparo de amostra (amostragem *in situ*) seguido da determinação no laboratório. O procedimento é eficiente para detectar os analitos de interesse em níveis de ng/L (ppt) com satisfatória sensibilidade e precisão, atendendo as legislações brasileiras e internacionais.

Agradecimentos

Petrobrás, INCT transferência de materiais continente-oceano, CNPq.

¹ Schwarzenbach, R.P.; Gschwend, P.M., Imrodem, D.M., Environmental organic chemistry. A Wiley-Interscience, Nwe York, 1993.

² IARC (International Agency for Research on Cancer). <http://www.iarc.fr>, acessada em novembro 2008.