

Método analítico por HS-SPME e GC-MS/MS para análise de HPAs presentes em material particulado

Vanessa M. F. Kataoka¹ (PG)*, Nilva R. Poppi¹ (PQ), Claudia A. L. Cardoso² (PQ).
*vmfk_jp@hotmail.com

¹Universidade Federal de Mato Grosso do Sul, Departamento de Química, Centro de Ciências Exatas, CP 549, 79070-900, Campo Grande, MS.

²Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul, Curso de Química, CP 351, 79804-970, Dourados, MS.

Palavras Chave: HPA, material particulado, HS-SPME, GC-MS/MS

Introdução

Os hidrocarbonetos policíclicos aromáticos, HPAs, são um grupo de compostos orgânicos organizados sob a forma de anéis aromáticos fusionados entre si. Os HPAs estão presentes na atmosfera e em geral aqueles que contêm 2 anéis na estrutura são encontrados em maior proporção na fase gasosa, enquanto que de 5 ou mais anéis são encontrados na fase particulada e de 3 a 4 estão em ambas as fases¹. Devido a presença destes compostos em material particulado é proposto um método analítico para análise por HS-SPME e GC-MS/MS.

Resultados e Discussão

As análises foram realizadas usando um cromatógrafo a gás, CG-3900, acoplado ao Espectrômetro de Massas, Saturn 2100 T/MS/MS, CP 8410, *Varian*, com coluna capilar VB-5, 5% fenil e 95% metilpolisiloxano (30 m x 0,25 mm x 0,25 µm), *ValcoBond*. As análises foram feitas sob as temperaturas de 200°C do ion trap, 70°C do manifold e 270°C da linha de transferência. Programação de temperatura do forno: 100°C (isotérmica de 1,0 min), elevada de 100 a 200 °C com aquecimento de 10°C min⁻¹, elevada de 200 a 250°C com aquecimento de 7°C min⁻¹ (isotérmica de 6,0 min) e finalmente de 250 a 300°C com aquecimento de 20°C min⁻¹ (isotérmica de 5,0 min). Gás de arraste Hélio (99,999%) em um fluxo de 1,0 mL min⁻¹. O íon molecular do HPA foi selecionado como íon de maior intensidade para fragmentação no modo ressonante (energias entre 0,1 e 1,0 V) e também foi o íon de quantificação para a maioria dos HPAs. A corrente no filamento foi de 50 µA, a voltagem na eletromultiplicadora foi de +200 V e a contagem de íons no trap de 5000 counts. A fibra PDMS/DVB 65 µm apresentou maior eficiência de extração dentre as fibras avaliadas (PDMS 100 µm, DVB/CAR/PDMS 50/30 µm e CAR/PDMS 85 µm). As seguintes condições de trabalho foram estabelecidas: agitação em banho-maria a 90°C, 15 min de equilíbrio, 30 min de extração e 5,0 min de dessorção a 260°C, vial de 15 mL e 8 mL de solução salina Na₂SO₄ 20% (m/v) após ter estudado os seguintes parâmetros: extração em banho-maria

e ultrassom; temperatura de extração (50-90°C); tempo de extração (15-60 min); tempo de dessorção da fibra (0,5-5,0 min). O método de extração proposto foi avaliado segundo a adição de padrão a um quarto do filtro limpo obtendo-se a linearidade do método entre 1,25-20 µg L⁻¹ para fluoreno, fenantreno, pireno e benzo(a)antraceno, 1,25-15 µg L⁻¹ para acenaftileno, antraceno, fluoranteno, criseno, benzo(b)fluoranteno e benzo(a)pireno e 2,5-20 µg L⁻¹ para naftaleno e acenafteno. Para todas as curvas foi obtido um coeficiente de correlação superior a 0,99 e uma precisão inferior a 25%. A exatidão do método foi avaliada analisando-se o material de referência certificado (SRM 1649a-NIST) que apresentou valores de acurácia entre 86-125% para a maioria dos analitos pelo método da adição de padrão.

Os limites de detecção (LD) e quantificação (LQ) foram estimados com base nos dados da curva analítica, ou seja, três vezes a razão entre o desvio do coeficiente linear e o valor do coeficiente angular para LD e dez vezes a mesma razão para o LQ. O LQ variou de 1,36 a 9,36 µg L⁻¹ e o LD de 0,41 a 2,33 µg L⁻¹.

Conclusões

O método GC-MS/MS apresentou-se satisfatório quanto a separação dos 16 HPAs e aquisição de dados para quantificação. O método HS-SPME de extração e pré-concentração dos HPAs em material particulado mostrou-se rápido e simples. Os coeficientes de correlação (R) tiveram valores entre 0,9907 a 0,9993 para calibração com padrões. Para amostra certificada R entre 0,9900 a 0,9974 e acurácia satisfatória. O método HS-SPME-GC-MS/MS validado será aplicado na determinação de HPAs em material particulado da cidade de Dourados/MS.

Agradecimentos

Ao CNPq pela bolsa concedida

¹Araki, Y.; Tang, N.; Ohno, M.; Kameda, T.; Toriba, A.; Hayakawa, K. *J. Health Sci.* **2009**, *55*, 77.