

## Método para determinação de BTEX em solos empregando HS-SPME-GC-MS/MS

Wellyta de Oliveira Ferreira<sup>1\*</sup> (IC), Nilva Ré Poppi<sup>1</sup> (PQ), Rosangela da Silva Hegeto<sup>1</sup> (PG)  
<sup>1\*</sup>wellyta@gmail.com

<sup>1</sup>Laboratório de Pesquisa 3 – Departamento de Química – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul, UFMS – Av. Senador Filinto Müller, 1555 – Cidade Universitária – CEP: 79074-460 – Campo Grande - MS.

Palavras Chave: BTEX, solos, SPME, headspace, GC – MS/MS

### Introdução

BTEX (benzeno, tolueno, etilbenzeno, o-xileno, m-xileno e p-xileno) são substâncias altamente tóxicas e pertencentes à classe de compostos orgânicos voláteis (COV). Estes são emitidos para a atmosfera por uma variedade de fontes, destacando-se as emissões veiculares (combustão, perdas evaporativas na armazenagem e na distribuição de combustíveis fósseis) e os processos industriais que utilizam solventes orgânicos. Estes compostos são frequentemente encontrados em solos devido a vazamentos de tanques de estocagem de combustíveis<sup>1</sup>. Neste trabalho o objetivo foi o desenvolvimento de um método HS-SPME-GC-MS/MS para a determinação de BTEX em solos, visando à aplicação em amostras de solos de regiões próximas a tanques de armazenamento de combustíveis fósseis.

### Resultados e Discussão

Utilizou-se nas análises um cromatógrafo a gás, CG-3900, acoplado ao Espectrômetro de Massas, Saturn 2100 T/MS/MS e coluna capilar VB-5, 5% fenil e 95% metilpolisiloxano (30 m x 0,25 mm x 0,25 µm). As análises foram efetuadas sob as temperaturas de 200°C do íon trap, 70°C do manifold e 200°C da linha de transferência. A temperatura do forno foi de 40°C (isotérmica de 3,0 min), elevada de 40 a 60 °C com aquecimento de 10°C min<sup>-1</sup>. Gás de arraste Hélio (99,999%) em um fluxo de 1,0 mL min<sup>-1</sup>. O íon de maior intensidade do espectro de massas (íon molecular) foi selecionado para fragmentação no modo não ressonante com energias de excitação de 20 V para benzeno e de 0,0 V para os outros analitos. Os íons de quantificação selecionados para benzeno foram 78 e 77, para tolueno 91 e 92 e para os demais analitos 91 e 106. A corrente no filamento foi de 20 µA, a voltagem na eletromultiplicadora foi de +50 V e a contagem de íons no trap de 10000 counts com 0,35 s.scan<sup>-1</sup>.

No estudo para otimização do método de extração e pré concentração dos analitos com microextração em fase sólida (SPME) foram estabelecidos os seguintes parâmetros: fibra CAR/PDMS – 85 µm, temperatura do injetor 280°C, extração modo

headspace com agitação constante em banho-maria, temperatura de extração 35°C, tempo de extração 30 min, tempo de estabilização das fases 10 min, massa de solo 1,4 g em vial de 15 mL, volume de solução salina (NaCl) utilizada 7 mL, concentração da solução salina (NaCl) 10% e tempo de dessorção 15 s. Para o estudo de linearidade adicionou-se o padrão (concentrações 0,5, 1, 4, 16, 32 e 64 µg/kg de solo) a 1,4 g da matriz (solo tratado com aquecimento de 120°C por 72 horas) que foi analisado por HS-SPME-GC-MS/MS. As curvas analíticas apresentaram coeficientes de correlação linear (R) entre 0,9961 e 0,9984. Foi feito o estudo de recuperação de BTEX em triplicata em três níveis de concentração (baixo, médio e alto) e os resultados são dados na tabela 1 que também apresenta os valores de precisão (CV) do método.

**Tabela 1** – Valores obtidos para recuperação e precisão

Analitos	1 µg/kg		30 µg/kg		60 µg/kg	
	Rec.	%CV	Rec.	%CV	Rec.	%CV
Benzeno	108,54	14,93	90,57	13,38	86,97	13,64
Tolueno	90,82	15,19	100,40	10,33	93,34	5,20
Etilbenzeno	84,07	23,39	97,66	7,23	100,50	4,92
m, p-Xilenos	82,90	14,95	97,79	6,06	99,70	3,30
o-Xileno	88,09	19,79	97,58	8,31	103,89	3,60

### Conclusões

O método proposto oferece uma boa precisão com valores de CV entre 3,30 e 23,38%, boa linearidade ( $\geq 0,996$ ) entre 0,5 e 64 µg/L (n = 6) e recuperações entre 82,90-108,54%.

### Agradecimentos

CNPq  
FUNDECT

<sup>1</sup>Melquiades, R. A.; Lobo, I.; Guedes, C. L. B.; Pinto, J. P., Análise de benzeno, tolueno, etilbenzeno e xilenos em solos por headspace e cromatografia gasosa/detector de ionização de chama, Ciências Exatas e Tecnologia, Londrina, v. 27, n. 2, p. 113-120, jul./dez. 2006.