

Fulereo C₆₀ em Matriz Aquosa. Validação de Metodologia por EFS e CLAE-UV.

Marileni de S. Sallaberry Lopes ^{1*} (PG); Ednei G. Primel ² (PQ); Patrícia Gomes Costa ³ (PQ); Gilberto Filmann ⁴ (PQ).

1,3,4 krassa@pop.com.br - Instituto de Oceanografia. Laboratório de Microcontaminantes Orgânicos e Ecotoxicologia Aquática (CONECO).

2 Escola de Química e Alimentos. Programa de Pós Graduação em Química Tecnológica e Ambiental. Laboratório de Análises de Contaminantes Orgânicos e Metais (LACOM).

Palavras Chave: Fulereo C₆₀, CLAE-UV, EFS, Validação de Metodologia, Matriz Aquosa.

Introdução

Desde o aparecimento do fulereo C₆₀, em 1985, muitos avanços em técnicas analíticas ocorreram permitindo a manipulação e a análise desse composto com perfeita habilidade. Mas ainda existe uma carência de metodologias que permitam monitorar o seu comportamento e os possíveis problemas de contaminação ou degradação ambiental que ele possa oferecer. Dentre as várias características do C₆₀, duas são as que mais chamam a atenção, a hidrofobicidade e a lipofilicidade pois, em contato com a água o fulereo forma colóides (*n*-C₆₀) e nessa estrutura, o fulereo torna-se capaz de agregar contaminantes como por exemplo: metais e compostos orgânicos. Podendo assim agir como carreador desses compostos e facilitar sua entrada nos organismos vivos¹. Uma vez dentro do organismo ele pode ter como caminho preferencial o cérebro, devido sua afinidade lipofílica. Esta capacidade que o C₆₀ pode desempenhar preocupa os cientistas, visto que o ambiente aquático é provavelmente o destino final de muitos compostos contaminantes ou não, incluindo o fulereo que tem seu principal uso na indústria tecnológica.

Sendo assim, esse trabalho tem como objetivo validar uma metodologia por extração em fase sólida (EFS) e cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) com detector UV/VIS para determinar a concentração do fulereo C₆₀ em matriz aquosa. As figuras de mérito avaliadas foram: curva analítica, linearidade, limite de detecção, limite de quantificação, precisão (repetitividade e precisão intermediária) e exatidão (ensaios de recuperação).

Resultados e Discussão

Para o desenvolvimento desse trabalho foi utilizado um sistema cromatográfico composto por bomba Perkin Elmer Series 200 LC Quaternary Version; injetor manual Perkin Elmer

Series 200; alça de injeção de 20 µL; detector UV/VIS; sistema de aquisição de dados e integrador TotalChrom Workstation 6.3, coluna C18 Phenomenex[®] (4,6 x 150mm, 5µ). As condições de operação onde se obteve melhor resposta foram: fase móvel tolueno/acetonitrila (60:40 v/v), vazão de 1,2 mL/minuto e $\lambda = 333$ nm. A curva apresentou linearidade dentro da faixa de 0,2 a 5 mg L⁻¹, apresentando $r^2 > 0,995$. O LD₅₀ foi de 0,07 mg L⁻¹ e o LQ_m, levando em consideração um fator de concentração de 50, foi de 0,004 mg L⁻¹. A precisão foi determinada a partir do preparo das soluções (0,2; 0,5; 0,75; 1,0; 2,0; 3,0 e 5,0 mg L⁻¹), analisadas em triplicata e em dias diferentes. Os resultados foram expressos como Desvio Padrão Relativo (% RSD), os quais não ultrapassaram 10 %. A exatidão foi avaliada fortificando 20 mL da matriz com a adição de 1 mL da solução analítica de C₆₀ a 0,2 mg L⁻¹, 0,5 mg L⁻¹, e 2,0 mg L⁻¹. O procedimento de extração adotado foi o de extração em fase sólida (EFS), utilizando cartucho empacotado com 200 mg de C18 em seringa de 3 mL, ativado com metanol, eluído com 1 mL de tolueno e evaporado sob fluxo suave de nitrogênio até o volume de 400 µL. Os resultados de recuperação estiveram entre 70 e 120 % com % RSD < 15 %.

Conclusões

Os resultados obtidos até o presente momento indicam que o procedimento é eficaz e os resultados estão de acordo com a literatura, se enquadrando assim nas normas de controle de qualidade do laboratório, podendo portanto ser empregado na determinação da concentração do C₆₀ em matriz aquosa.

Agradecimentos

CAPES, FURG, CONECO, QTA.

¹ Moore, M.N. (2006). Do nanoparticles present ecotoxicological risks for the health of the aquatic environment? *Environment International* 2006, 32, 967-976.