

Desenvolvimento de um método CG-EM/EM para análise de hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPAs) em diferentes matrizes

Rosângela S. Hegeto¹ (PG)*, Vanessa M. F. Kataoka¹ (PG), Sâmia S. Gebara¹ (PG), Nilva R. Poppi¹ (PQ), Claudia A. L. Cardoso² (PQ). *rosa_hegeto@yahoo.com.br

¹Universidade Federal de Mato Grosso do Sul, Departamento de Química, Centro de Ciências Exatas, 79070-900, Campo Grande, MS. ²Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul, 79804-970 Dourados, MS.

Palavras-Chave: HPAs, CG-EM/EM

Introdução

A agência de proteção ambiental dos Estados Unidos (EPA-Environment Protection Agency) considera os 16 HPAs poluentes prioritários no monitoramento ambiental: naftaleno (Naf), acenaftileno (Aci), acenafteno (Ace), fluoreno (Flu), fenantreno (Fen), antraceno (Ant), fluoranteno (Flt), pireno (Pir), benzo(a)antraceno (BaA), criseno (Cri), benzo(b)fluoranteno (BbF), benzo(k)fluoranteno (BkF), benzo(a)pireno (BaP), indeno(1,2,3-c,d)pireno (Ind), dibenzo(a,h)antraceno (DBahA), benzo(g,h,i)perileno (BghiP). Estas substâncias apresentam potencial cancerígeno e neurotóxico¹, tornando de suma importância a investigação destas em matrizes ambientais. O trabalho teve como objetivo desenvolver um método de separação e aquisição de HPAs para ser aplicado em diferentes matrizes usando a microextração em fase sólida.

Resultados e Discussão

As análises foram efetuadas usando um cromatógrafo a gás, CG-3900, acoplado ao Espectrômetro de Massas, Saturn 2100 T/MS/MS (Varian), com injetor 1177 e amostrador automático CP 8410. Técnica de ionização por impacto eletrônico (I.E.) com energia de 70 eV. Software Saturn GC/MS 5.52. Foi utilizada coluna capilar de baixo sangramento (ValcoBond), com fase estacionária VB-5, 5% fenil e 95% metilpolisiloxano, 30m x 0,25mm x 0,25µm. A temperatura do injetor foi mantida em 300 °C, trap 200 °C, manifold 70 °C e transferline 270 °C. Hélio 99,999% foi o gás de arraste. 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). A tabela 1 apresenta os tempos de retenção de cada analito, íon de maior intensidade selecionado para cada HPA a partir do espectro de massa obtido do cromatograma de íons totais na análise por CG-EM, os íons de quantificação selecionados no estudo das energias de excitação para fragmentação do íon de maior intensidade no modo ressonante definido após a variação nos dois modos: não ressonante (10 a 100 V) e ressonante (0,1 a 1,0 V). Para melhores resultados investigou-se as variações da corrente do filamento, contagem

de íons no trap e voltagem da eletromultiplicadora. Os resultados obtidos (50 µA, +200 V e 5000 counts) melhoraram a sensibilidade e a resolução dos picos finais no cromatograma. Ionização RF: 48 m/z, variação de scan: 0,35 s.scan⁻¹, tempo de isolamento: 5 msec, amplitude banda larga: 30 V e amplitude de ejeção: 20 V são outros valores fixados.

Tabela 1. Parâmetros de aquisição do método

HPAs	Tempo de retenção (min)	(m/z)*	Íons de quantificação (m/z)	Energia de excitação modo ressonante
Naf	4,942	128	128	0,20
Aci	8,158	152	150	0,80
Ace	8,559	153	151, 152, 154	1,00
Flu	9,743	165	115, 139, 163	0,90
Fen	12,016	178	178	0,10
Ant	12,151	178	178	0,10
Flt	15,276	202	202	0,20
Pir	15,914	202	202	0,20
BaA	19,888	228	228	0,20
Cri	20,022	228	228	0,20
BbF	25,349	252	252	0,20
BkF	25,452	252	252	0,20
BaP	26,384	252	252	0,20
Ind / DBahA	29,536 / 29,649	276	276	0,20
BghiP	30,351	276	276	0,20

*íon de maior intensidade

Conclusões

O método de aquisição CG-EM/EM desenvolvido para a análise de 16 HPAs apresentou limite de quantificação entre 0,01 e 200 ng.mL⁻¹ e limite de detecção entre 0,003 e 60 ng.mL⁻¹.

Agradecimentos

CNPq, FUNDECT.

¹ Netto, A. D. P.; Moreira, J. C.; Dias, A. E. X.; Arbilla, G.; Ferreira, L. F. V.; Oliveira, A. S.; Barek, J. *Quim. Nova.* **2000**, 23, 765.