

# Otimização de um método de extração HS-SPME para hidrocarbonetos policíclicos aromáticos em solos

Rosângela S. Hegeto\* (PG), Nilva R. Poppi (PQ), Claudia A. L. Cardoso<sup>2</sup> (PQ).  
\*rosa\_hegeto@yahoo.com.br

<sup>1</sup>Universidade Federal de Mato Grosso do Sul, Departamento de Química, Centro de Ciências Exatas, CP 549, 79070-900, Campo Grande, MS. <sup>2</sup>Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul, Curso de Química, CP 351, 79804-970, Dourados, MS.

Palavras-Chave: HPAs, solo, MEFS, CG/EM.

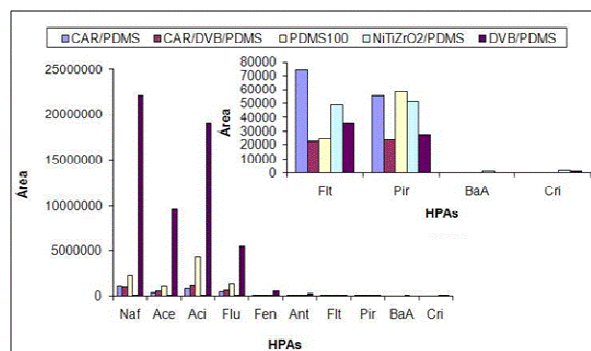
## Introdução

O solo é um componente fundamental do ecossistema. Em função do uso inadequado é suscetível à degradação<sup>1</sup>. A poluição do solo é causada por diversas substâncias incluindo os hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPAs), que são de fonte natural e/ou antrópicas<sup>2</sup> e possuem potencial cancerígeno e neurotóxicos. O presente trabalho tem por objetivo determinar os parâmetros ótimos para a microextração em fase sólida (MEFS) para determinação de HPAs em solo empregando CG-EM/EM.

## Resultados e Discussão

As análises foram realizadas em um cromatógrafo a gás, CG-3900, acoplado ao Espectrômetro de Massas, Saturn 2100T/MS/MS (Varian), injetor 1177 e Holder manual. A separação cromatográfica foi efetuada em coluna capilar com fase estacionária VB-5, 5% fenil e 95% metilpolisiloxano, 30 m x 0,25 mm x 0,25 µm, temperatura do injetor 260 °C, trap 200 °C, manifold 70 °C e transferline 270 °C, gás de arraste foi hélio 99,999% (5.0) em fluxo constante de 1,0 mL.min<sup>-1</sup> e programação do forno da coluna: 100 °C por 1 min; 100-200 °C a 10 °C/min; 200-250 °C a 7 °C/min; 250 °C por 6 min; 250-300 °C a 20 °C/min; 300 °C por 5 min. No método MS/MS 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 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. Verificou-se o desempenho de diferentes recobrimentos de fibras comerciais: PDMS 7 µm, DVB/CAR/PDMS 55/30 µm, CAR-PDMS 85 µm, DVB/PDMS 65 µm, NiTi-ZrO<sub>2</sub>/PDMS 35µm (sol-gel). A fibra DVB-PDMS 65 µm apresentou maior eficiência de extração dos HPAs (Figura 1) nas seguintes condições: tempo de extração de 40 minutos com 5 minutos de equilíbrio, 1,4 g de solo e 7 mL de solução 10% de NaCl, extração com agitação a 50 °C no modo *headspace* e tempo de dessorção de 5 minutos. Foram avaliados os seguintes parâmetros para a fibra DVB-PDMS 65 µm: tempo de equilíbrio de 10-25 min, tempo de extração de 20-80 min, tempo de dessorção de 1-5 min, temperatura de extração de 50-90 °C, força iônica de 10-30% de NaCl e a extração com

agitação e no modo estático em banho-maria e o uso de sonicação.



**Figura1.** Desempenho das fibras (Naf=naftaleno, Aci=acenaftileno, Ace= acenafteno, Flu= fluoreno, Fen= fenantreno, Ant= antraceno, Flt= fluoranteno, Pir= pireno BaA= benzo(a)antraceno, Cri= criseno).

Foram estabelecidos os seguintes parâmetros para a extração e pré concentração dos HPAs: massa de solo 1,4 g em vial de 15 mL com 7 mL de solução 20% de NaCl, tempo de equilíbrio de 10 min, tempo de extração de 60 min em banho-maria com agitação magnética, temperatura de extração de 80 °C e tempo de dessorção de 4 min.

## Conclusões

O método de extração HS-SPME mostrou-se simples, rápido e preciso (coeficiente de variação entre 0,8 e 15 %) na extração e pré-concentração de 10 HPAs, voláteis e semi-voláteis (2 a 4 anéis aromáticos), dentre os 16 HPAs considerados prioritários pela EPA. O método HS-SPME-GC-MS/MS será validado e aplicado a amostras de solo proveniente de postos de comercialização de combustíveis.

## Agradecimentos

FUNDECT, PROPP-UFMS

<sup>1</sup> Jaing, Y.; Wang, X.; Wang, F.; Jia, Y.; Wu, M.; Sheng, G.; Fu, J. *Chemosphere*, **2009**, 75, 1112.

<sup>2</sup> Netto, A. D. P.; Moreira, J. C.; Dias, A. E. X.; Arbilla, G.; Ferreira, L. F. V.; Oliveira, A. S.; Barek, J. *Quím. Nova*, **2000**, 23, 765.