

Desenvolvimento da fase extratora SPME de poli-N-fenilpirrol para análise de organoclorados em amostras de água por CG-MS

Nátassia P. Leite ¹ (IC)*, Maria Eugênia C. Queiroz ¹ (PQ), Andréa R. Chaves ¹ (PQ)

1- Departamento de Química, Faculdade de Filosofia Ciências e Letras de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Av. Bandeirantes, 3900. Ribeirão Preto-SP. *natassialeite@yahoo.com.br

Palavras Chave: Praguicidas, SPME, poli-N-fenilpirrol, cromatografia gasosa, espectrometria de massas, amostras de água.

Introdução

Os praguicidas organoclorados fazem parte de um grupo de compostos classificados como poluentes orgânicos persistentes (POPs), devido a elevada meia vida, bioacumulação e alta toxicidade, assim como, sua baixa degradação por processos bióticos e abióticos.

Técnicas cromatográficas, em especial a cromatografia gasosa (CG) acoplada à espectrometria de massas (MS) têm sido empregadas com sucesso na determinação de resíduos de praguicidas nas mais diferentes matrizes. Porém, as fases SPME disponíveis no comércio apresentam seletividade limitada para análises de organoclorados, principalmente básicos e polares, além de apresentarem baixa estabilidade em fase móvel ou solvente orgânico. O estudo e desenvolvimento de novas fases extratoras, com baixo custo e mais adequadas para análises de organoclorados têm sido requeridos.

Uma das alternativas promissoras para o desenvolvimento de novas fases extratoras SPME, tem sido a eletropolimerização de polímeros condutores, como poli-N-fenilpirrol (PPPY), por voltametria cíclica, resultando em fases extratoras SPME mais seletivas e de menor custo.

Este trabalho propõe o desenvolvimento da fase extratora SPME de PPPY para a análise de organoclorados (Alfa HCH; HCB; Beta HCH; Lindane gama HCH; 4,4-DDM; PCB 28; Heptachlor; PCB 52; Aldrin; 4,4-DDMU; PCB 101; 4,4-DDE; Ouldrin; 2,4-DDD; Endrin; PCB 118; 4,4-DDD; 2,4-DDR; PCB 153; PCB 138; Metoxicloro; PCB 180 e Dodecoclorov Mirex) em amostras de água, empregando o método "off-line" SPME-PPPY/CG-MS (microextração em fase sólida- poli-N-fenilpirrol/ cromatografia gasosa – espectrometria de massas).

Resultados e Discussão

A fase extratora para SPME foi desenvolvida por eletrodeposição da PPPY em fio de platina em meio eletrolítico de perclorato de sódio 0,5 mol L⁻¹ em acetonitrila. Os filmes eletropolimerizados em 20 ciclos apresentaram seletividade adequada para a análise SPME dos praguicidas em amostras de água.

As variáveis SPME, volume de amostra, tempo, temperatura de extração e dessorção foram otimizadas e os resultados obtidos mostraram maior eficiência de extração SPME nas seguintes condições: 45 min a 35°C, com diluição da amostra em solução borato 0,05 mol L⁻¹, pH 4,0 com dessorção em 250 µL de acetona a 50°C.

O cromatograma obtido na condição SPME otimizada é mostrado na Figura 1.

INSERIR FIGURA 1

Figura 1. Cromatograma obtido da após análise SPME-PPPY/CG-MS de amostras de água enriquecida com solução padrão dos pesticidas na concentração de 500 ng mL⁻¹. 1) Alfa HCH; 2) HCB; 3) Beta HCH; 4) Lindane gama HCH; 5) 4,4-DDM; 6) PCB 28; 7) Heptachlor; 8) PCB 52; 9) Aldrin; 10) 4,4-DDMU; 11) PCB 101; 12) 4,4-DDE; 13) Ouldrin; 14) 2,4-DDD; 15) Endrin; 16) PCB 118; 17) 4,4-DDD; 18) 2,4-DDR; 19) PCB 153; 20) PCB 138; 21) Metoxicloro; 22) PCB 180 e 23) Dodecoclorov Mirex.

Conclusões

A fase extratora de poli-N-fenilpirrol eletropolimerizada em fio de platina em meio eletrolítico de perclorato de sódio em acetonitrila, em 20 ciclos apresentou seletividade adequada para análise dos praguicidas em amostras de água DE ???. Em próxima etapa o método SPME-PPPY/CG-MS deverá ser validado.

Agradecimentos

FAPESP e CNPq

¹ J. Pawliszyn, in: *Applications of solid phase microextraction*. Royal Society of Chemistry, Cambridge, 1999.

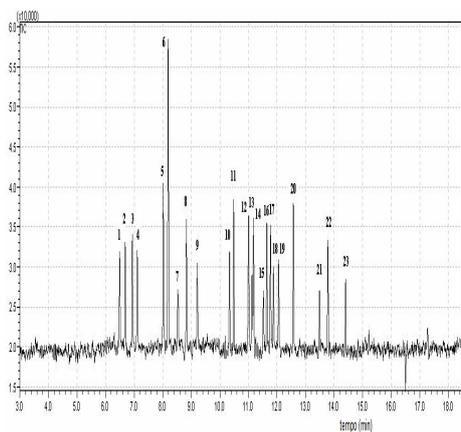


FIGURA 1. Legenda acima.