

## Determinação de Bromofenóis por CLAE-UV em Sistemas Aquosos após Microextração em Fase Sólida

Joelma Pereira dos Santos Sobrinho<sup>1,3</sup> (PG), Mateus Melo da Silva<sup>1,3</sup> (IC), Eliane Teixeira Sousa<sup>1,3</sup> (PG), Manuela Pedra Cardoso<sup>1,3</sup> (PQ)\*, Vilma Mota da Silva<sup>1,2,3</sup> (PQ), Jailson Bittencourt de Andrade<sup>1,2,3</sup> (PQ). manupcardoso@yahoo.com.br

<sup>1</sup>Instituto de Química – Universidade Federal da Bahia (UFBA), 40170-115, SSA, BA, Brasil.

<sup>2</sup>Centro Interdisciplinar de Energia e Ambiente (CIEnAm) – UFBA, 40170-115, SSA, BA, Brasil.

<sup>3</sup>Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia de Energia e Ambiente (INCT E&A) – UFBA, 40170-115, SSA, BA, Brasil.

Palavras Chave: Bromofenóis, MEFS, CLAE-UV

### Introdução

Bromofenóis (BFs) são substâncias orgânicas semi-voláteis pertencentes à classe dos haletos de arila, descritas como moderadamente tóxicas. Os BFs simples são substâncias que ocorrem naturalmente no ambiente marinho e são componentes importantes do “flavor” e/ou “off-flavor” de certas espécies de peixes e crustáceos<sup>1</sup>.

A Destilação por Arraste Vapor seguida por Extração Líquido-Líquido é o método mais empregado na extração de BFs voláteis de organismos marinhos<sup>2</sup>, mas requer grande tempo de extração e consumo de energia elétrica.

O objetivo deste trabalho foi otimizar uma metodologia analítica para extrair 2-bromofenol (2-BF); 4-bromofenol (4-BF); 2,4-dibromofenol (2,4-DBF); 2,6-dibromofenol (2,6-DBF) e 2,4,6-tribromofenol (2,4,6-TBF) de sistemas aquosos utilizando Microextração em Fase Sólida (MEFS). A determinação destes BFs foi realizada por Cromatografia Líquida de Alta Eficiência com detector de Ultravioleta (CLAE-UV)<sup>2</sup>.

### Resultados e Discussão

A otimização da extração por MEFS incluiu a seleção da fibra, o efeito da temperatura e da força iônica, o tempo de extração e o modo de dessorção. Inicialmente foi testado o poder extrator das fibras de Poliacrilato (PA) e Polidimetilsiloxano-divinilbenzeno (PDMS-DVB) por headspace e imersão direta (ID), por 30 minutos em vários sistemas dos solventes (pentano, éter, metanol e água), agitação de 1120 rpm, nas temperaturas ambiente a 90 °C. Os melhores resultados foram conseguidos por ID da fibra de PDMS-DVB em água, à temperatura ambiente.

Para avaliar a influência da força iônica, realizaram-se extrações dos cinco BFs de soluções aquosas a pH=3 com 0, 15, 25 e 36% de NaCl. Os resultados indicaram que o aumento da força iônica melhora a resposta dos fenóis monobromados e dibromados em detrimento da diminuição da resposta do tribromofenol. Assim, escolheu-se a concentração de 25% de NaCl para a obtenção das curvas analíticas.

Os modos de dessorção dinâmico (DD) e estático (DE) foram avaliados. A DE foi realizada em misturas dos solventes (água:acetoneitrila) nas proporções: 0:100; 55:45; 60:40; 70:30 e 80:20 por 30 minutos na câmara de dessorção da interface. No caso da DD, a fibra contendo os analitos foi introduzida na câmara de dessorção e a fase móvel começou a passar imediatamente pela câmara a 1 mL/min. O modo de DD foi escolhido por fornecer resultados semelhantes ao modo de DE.

A fim de avaliar o tempo necessário para que os BFs atingissem o equilíbrio entre o recobrimento da fibra de SPME e a solução analisada preparou-se em triplicata soluções (1000 ng/mL) dos analitos. Essas foram submetidas às extrações por ID da fibra de PDMS-DVB a temperatura ambiente nos tempos de 15, 30, 45 e 60 minutos. O tempo de 45 minutos forneceu os melhores resultados para todos os bromofenóis.

Os limites de quantificação (LQ) para os BFs variaram de 5,0-20,0 ng/mL e a faixa linear de trabalho de 5,0-125,0 ng/mL, sendo possível detectá-los em concentrações de 3,0 ng/mL.

### Conclusões

Os resultados mostraram que MEFS é um método eficiente na extração de bromofenóis em sistemas aquosos, podendo ser utilizado como método de pré-concentração de bromofenóis extraídos de amostras marinhas.

Vale salientar que o reduzido tempo de extração do método utilizado, bem como o uso de solventes em escala reduzida, quando comparado com o descrito anteriormente na literatura, são fatores determinantes ao emprego desta metodologia analítica na extração de BFs.

### Agradecimentos

CNPq, FINEP, NQA, CAPES, FAPESB, INCT E&A

<sup>1</sup>Whitfield, F. B.; Helidoniotis, F.; Drew, M. In *Flavour Science: Recent Developments*, 1996, 3-12.

<sup>2</sup>Da Silva, V. M.; Velos, M. C. C.; de Oliveira, A. S.; Santos, G. V.; Pereira, P. A. P.; de Andrade, J. B. *Talanta*, 2005, 68, 323-328