

CARACTERIZAÇÃO DE HEXACLORO BENZENO (BHC) EM SOLO E DE HIDROCARBONETOS POLICÍCLICOS AROMÁTICOS (HPAS) PRESENTES NA CARAPAÇA DO SIRI VIA CROMATOLOGRAFIA A GÁS ACOPLADA À ESPECTROMETRIA DE MASSAS (GC/MS)

Jessyca Alsina Grau Sampaio e José Oscar William Vega Bustillos
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN

INTRODUÇÃO

Os Hidrocarbonetos Policíclicos Aromáticos (HPAs), estão associados com o aumento da incidência de vários tipos de cânceres no ser humano. Estas moléculas são formadas na queima incompleta de matéria orgânica, sendo encontradas em todos compartimentos ambientais. Os HPAs são lipofílicos, isto é, condicionam-se na gordura dos animais. Já os BHCs são inseticidas organoclorados, presentes em solos, que alteram o crescimento de bactérias. [1,2]

OBJETIVO

Este trabalho tem como objetivo a análise de HPAs e BHCs via GC/MS, cromatógrafo a gás acoplado ao espectro de massas. Utilizando-se as técnicas de extração, Soxhlet e rotavapor, para o “clean up” dos analitos. [2,3]

METODOLOGIA

Foram utilizadas 13 carapaças do siri “Callinectes sp”, coletadas na região de São Vicente, SP. Foram retirados os tecidos e músculos presentes no siri e as carapaças foram lavadas com água Milli Q (água deionizada), e levadas a estufa por 40°C durante 24 horas. Logo após foram trituradas em processador e pulverizadas em almofariz. O pó dessas carapaças foi pesado e separado em 2 *bekers*, cada um com 12g de pó de siri. A um destes *bekers* foi adicionado alguns padrões de HPAs (acenafteno, criseno, fenantreno, e

naftaleno) e foi feito um “Spyke” durante 3 dias, para melhor absorção. Logo estas amostras de pó de siri foram levadas ao Soxhlet (técnica de extração sólido-líquido), onde os solventes utilizados foram: hexano e diclorometano. Esta extração durou 4 horas. Logo após, as amostras foram levadas ao rotavapor (técnica utilizada para concentrar o material), onde cada amostra permaneceu durante 20 minutos, a 70rpm com temperatura de 40°C em banho maria. Estas amostras, depois de concentradas pelo rotavapor, foram colocadas em viels (Vidrinhos para armazenar as amostras) e levadas para análise via GC/MS. Utilizou-se um cromatógrafo a gás acoplado ao espectrômetro de massa GC/MS, marca Shimadzu, Modelo: 5000A. O GC possui uma coluna cromatográfica DB5 (5% Siloxana) de comprimento 30 m, diâmetro interno 0,25 mm e espessura do filme 0,25 µm. A amostra foi introduzida no GC/MS via “on line” no injetor “split” com razão 1/30 com fluxo constante de 10 mL.min⁻¹. O tempo de retenção foi de 35 min. O volume do analito injetado foi de 1 µL e a concentração deste representava 1 ppm. Já para o BHC foi injetado 1 µl, onde o solvente foi Acetonitrila. A temperatura inicial da coluna foi de 200°C, a temperatura do injetor foi 250°C e a temperatura da interface foi 270°C. O fluxo foi de 1,1 ml/min e o injetor split com razão 10. O tempo de corrida foi de 16 minutos. Para a extração dos BHCs em solo, foi utilizado o método SPE (solid phase extraction), que é um processo de separação, onde os compostos dissolvidos ou suspensos em uma mistura líquida são

separados de outros compostos na mistura de acordo com suas propriedades físicas e químicas.

RESULTADOS

Foram injetadas as amostras de HPAs no injetor do GC/MS nos dois modos Scan e Sim.

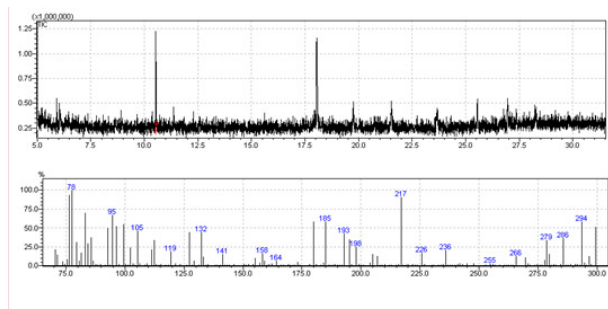


Figura 1- Cromatograma e espectro de massas da amostra: pó de siri+padrões adicionados.

Na figura 1 apresenta-se o espectro de massas da amostra com adição dos padrões “Spyke” de HPAs (acenafteno, naftaleno, criseno e fenantreno), porém estes não foram identificados na análise. [2

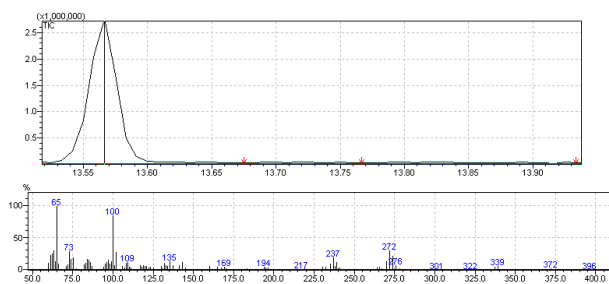


Figura 2- Cromatograma e espectro de massas do Lindano.

CONCLUSÃO

Neste trabalho não foi possível a identificação de HPA's na carapaça do siri através desta metodologia, pois alguns destes são voláteis e termoinstáveis quando em contato com a temperatura da estufa e em banho Maria. Para se tentar obter melhores resultados será utilizada uma metodologia diferente, onde, as carapaças para melhor secagem serão

liofilizadas e a extração será realizada em ultrassom. Já a identificação de BHCs em solo foi possível, devido à metodologia adequada e à utilização da técnica via GC/MS.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Baxter, M.S., Fanner, J.G., McKinley, I.G., Swan, D.S. and Jack, W. 1981. Evidence of the unsuitability of gravity coring for collecting sediment in pollution and sedimentation rate studies. *Environ. Sci. Technol.* 15 : 843-846.
- [2] Albaiges, J. & Albrecht, P. 1979. Fingerprinting of marine pollutant hydrocarbons by computerized Gas chromatography-mass spectrometry. *Intern. J. Environ. Anal. Chem.* 6 : 171-190.
- [3] American Chemical Society. 1980. Guidelines for data acquisition and data quality evaluation in environmental chemistry. *Anal. Chem.* 52 : 2242-2249.

APOIO FINANCEIRO

CNPq