

## **Desenvolvimento e Optimização da Extracção Sorptiva em Barra de Agitação e Análise por Cromatografia Micelar Electrocínética (SBSE-MEKC-DAD) na Determinação de Hidrocarbonetos Aromáticos Policíclicos em Matrizes Ambientais e Biológicas**

P. Rosário<sup>1</sup>, J.M.F. Nogueira<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Departamento de Química e Bioquímica e <sup>2</sup>Centro de Ciências Moleculares e Materiais, Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa, Campo Grande Ed. C8, 1749-016 Lisboa, Portugal; [nogueira@fc.ul.pt](mailto:nogueira@fc.ul.pt)

Os actuais níveis de poluição ambiental têm sido alvo de grande discussão por parte de diversas organizações internacionais. Os hidrocarbonetos aromáticos policíclicos (PAHs), amplamente reconhecidos pelo elevado potencial mutagénico e carcinogénico, exigem uma monitorização eficiente dada a sua dispersão no meio ambiente com nefastas implicações na fauna e flora do planeta. Recentemente, uma crescente sensibilidade e consciência ambiental contribuíram para a implementação de regulamentação no que se refere à qualidade da água e do ar impondo uma permanente monitorização e controlo analítico de vários parâmetros por parte das autoridades responsáveis. Neste sentido, é urgente o desenvolvimento de novas metodologias capazes de analisar eficazmente este tipo de compostos em amostras complexas ao nível vestigial.

O presente trabalho consistiu no desenvolvimento, optimização e aplicação da técnica de extracção sorptiva em barra de agitação, seguida de desorpcção líquida e análise por cromatografia micelar electrocínética com detecção por rede de díodos (SBSE-LD-MEKC-DAD), na determinação de seis PAHs (antraceno, bifenilo, fluoreno, fluoranteno, fenantreno e pireno) em amostras ambientais e biológicas. A instrumentação utilizada sob condições optimizadas, permitiu a resolução de todos os compostos estudados em menos de 12 minutos, evidenciando boa reprodutibilidade, excelente linearidade ( $r^2 > 0,99$ ) na gama 4,8 - 150,0 mg/L, permitindo alcançar limites de detecção com níveis compreendidos entre 0,3 e 1,5 mg/L. A utilização de padrão interno permitiu ainda obter excelente precisão com valores de desvios padrão relativos inferiores a 2,4 %.

Para optimização da metodologia SBSE-LD, foram efectuados estudos sistemáticos a diversos parâmetros experimentais, ficando demonstrado que um tempo de extracção de 90 minutos (1500 rpm) e o uso de acetonitrilo como solvente para retro-extracção eram factores decisivos para obtenção de boa eficiência. A optimização experimental permitiu obter recuperações compreendidas entre 55,5 e 70,7%, tendo o método evidenciado excelente linearidade ( $r^2 > 0,99$ ) na gama compreendida entre 5,0 e 133,0 µg/L, permitindo alcançar limites de detecção baixos (2,0 - 11,0 µg/L).

A metodologia desenvolvida demonstrou ainda ser rápida, fácil de manipular, sensível e requer pequena quantidade de amostra, comparativamente a outras metodologias convencionais. A aplicação a diversas matrizes reais, particularmente, amostras de águas, sedimentos e biológicas, demonstrou excelente desempenho com recurso ao método da adição de padrão e a ensaios de fortificação.

## Referências

J.M.F. Nogueira, Novas Perspectivas na Preparação de Amostras para Análise Cromatográfica, *Química* 2003, 88, 65-71.

B. Mendes, J. Oliveira, "Qualidade da Água para Consumo Humano", LIDEL - Edições Técnicas Lda. Nov 2004.

Agency for Toxic Substances and Disease Registry, "*Toxicological Profile for Polycyclic Aromatic Hydrocarbons*" U.S. Department of Health and Human Services, 1995.

P. Rosário, Desenvolvimento e Optimização da Extracção Sorptiva em Barra de Agitação e Análise por Cromatografia Micelar Electrocínética (SBSE-MEKC-DAD) na Determinação de Hidrocarbonetos Aromáticos Policíclicos em Matrizes Ambientais e Biológicas, Tese de Mestrado, FCUL, 2005.