

Determinação de fármacos e produtos de cuidado pessoal em águas de abastecimento público e superficial empregando Extração em Fase Sólida e Cromatografia Líquida

ROMBALDI, Caroline; ARIAS, Jean L. de O. ; MELLO, Lucas L.; PAULISTA, Marcos E. G.; SHNEIDER, Antunielle; CERQUEIRA, Maristela B.; CALDAS, Sergiane S. PRIMEL, Ednei G. caroline.rom@hotmail.com

Evento: 13ª MPU

Área do conhecimento: Ciências exatas e da terra – Química Analítica

Palavras-chave: SPE; águas; PPCPs.

1 INTRODUÇÃO

O uso abusivo, a disposição inadequada, e a carência de tratamento eficiente para contaminantes orgânicos como os fármacos e produtos de cuidado pessoal (PPCPs), pode levar à contaminação das águas superficiais, assim como subterrâneas [1, 2]. No entanto, a extração simultânea destes resíduos em água é dificultada pelas diferentes propriedades físico-químicas que estes compostos apresentam e por estarem em baixas concentrações [3]. Nesse contexto, destaca-se a técnica de Extração em Fase Sólida (SPE), a qual tem sido amplamente empregada para extração de PPCPs de amostras de água [3]. Frente ao exposto, o objetivo deste trabalho foi a determinação de 18 PPCPs em amostras de água de superfície e de abastecimento da cidade de Rio Grande, empregando extração por SPE e determinação por Cromatografia Líquida acoplada a Espectrometria de Massas (LC-MS/MS).

2 REFERENCIAL TEÓRICO

Os PPCPs apresentam um elevado potencial para bioacumulação e possuem baixa degradabilidade [3]. Dentre as principais fontes destes compostos estão os esgotos hospitalares, produção industrial e efluentes domésticos. Nos últimos anos, os PPCPs têm sido detectados no ambiente em concentrações na ordem de $\mu\text{g L}^{-1}$ a ng L^{-1} [1]. A técnica de SPE vem sendo amplamente empregada para extração destes compostos, e essa consiste na pré-concentração e extração dos compostos através percolação da amostra em cartuchos recheados com um material adsorvente. O esquema ilustrativo do procedimento é apresentado na Figura 1.

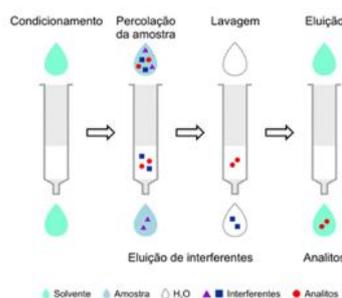


Figura 1 – Esquema da extração em fase sólida [4]

3 MATERIAIS E MÉTODOS

As amostras foram coletadas mensalmente, durante um ano, na estação de

13ª Mostra da Produção Universitária

Rio Grande/RS, Brasil, 14 a 17 de outubro de 2014.

tratamento de água que abastece o município de Rio Grande, de acordo com as normas vigentes (Portaria MS nº 518) em recipientes, livres de contaminação, rotulados e catalogados, e pré-concentradas no mesmo dia da coleta.

Para a SPE, as amostras foram previamente filtradas em membranas de acetato de celulose (0,45 µm), e separadas em 2 alíquotas de 250 mL acidificadas a pH 3 com ácido fosfórico e duas alíquotas não acidificadas. Os cartuchos empregados foram Strata-C18-E (500 mg L⁻¹). Primeiramente foi realizado o condicionamento dos cartuchos, consistindo em 3 mL de metanol, 3 mL de água ultrapura e 3 mL de água ultrapura pH 3 para as amostras acidificadas e 6 mL de metanol e 6 mL de água ultrapura para as não acidificadas. Na seqüência, as amostras foram percoladas. Por fim, a eluição dos analitos foi realizada com duas alíquotas de 1 mL de metanol, e o extrato obtido foi determinado por LC-MS/MS.

As determinações cromatográficas foram realizadas utilizando uma coluna Kinetex C18 (50 x 30 mm, 2,6 µm) e fase móvel composta por metanol e água acidificada com CH₃COOH 0,1% com modo de eluição por gradiente. Os parâmetros de separação cromatográfica e determinação por espectrometria de massas foram otimizados de forma a se obter menores LOQs para o método.

4 RESULTADOS e DISCUSSÃO

O método validado apresentou boa linearidade, com coeficiente de correlação linear (r) maior que 0,99. A etapa de pré-concentração (SPE) permitiu concentrar a amostra em 125 vezes, portanto os valores de LOQs para o método ficaram entre 0,8 e 80 ng L⁻¹. Os valores de exatidão em termos de recuperação foram entre 70 e 120% para 90% dos compostos. Os valores de precisão foram menores que 20% para todos os compostos.

Os compostos detectados em concentrações acima do LOQ durante monitoramento realizado entre fevereiro de 2013 a fevereiro de 2014 foram a avobenzona (0,34 µg L⁻¹) e o propilparabeno (0,09 µg L⁻¹). Cafeína, metilparabeno e triclosan foram detectados em concentrações abaixo do LOQ.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

O método baseado na SPE para a extração dos 18 PPCPs em amostras de água possibilitou a detecção de PPCPs em amostras de águas de abastecimento e superficial da cidade de Rio Grande durante o período de fevereiro de 2013 a fevereiro de 2014. Embora detectados em concentrações menores que o LOQ, a detecção destes compostos indica a presença de compostos emergentes na água de superfície, apontando para a necessidade de políticas públicas de saneamento básico, que evitem que resíduos destes compostos atinjam as águas de superfície.

REFERÊNCIAS

- [1] S.S. Caldas, C.M. Bolzan, J.R. Guilherme, M.A. Silveira, A.L. Escarrone, E.G. Primel, *Environmental science and pollution research international*, 20 (2013) 5855-5863.
- [2] M.A. Locatelli, F.F. Sodre, W.F. Jardim, *Archives of environmental contamination and toxicology*, 60 (2011) 385-393.
- [3] A. Garcia-Ac, P.A. Segura, L. Viglino, A. Fürtös, C. Gagnon, M. Prévost, S. Sauvé, *Journal of Chromatography A*, 1216 (2009) 8518-8527.
- [4] S.S. Caldas, F.F. Gonçalves, E.G. Primel, O.D. Prestes, M.L. Martins, R. Zanella, *Química Nova*, 34 (2011) 1604-1617.