

## **VALIDAÇÃO DE MÉTODO PARA DETERMINAÇÃO DE BIOCIDAS ANTI- INCRUSTANTES EM SEDIMENTOS**

**VELHO, Filipe Costa; ABREU, Fiamma Eugênia Lemos  
FILLMANN, Gilberto  
felipe\_vcosta@hotmail.com**

**Evento: 14ª Mostra da Produção Universitária  
Área do conhecimento: Química Analítica**

**Palavras-chave:** anti-incrustantes; biocidas; sedimentos.

### **1 INTRODUÇÃO**

Tintas anti-incrustantes são utilizadas há muito tempo para evitar a incrustação de organismos em estruturas submersas, tais como cascos de embarcações e tubulações. Contudo, o Tributilestanho (TBT), utilizado nas formulações destas tintas de forma intensa nas últimas décadas do século XX causa efeitos ecotoxicológicos a várias espécies. Devido a esses problemas ambientais, a *International Maritime Organization* (IMO) banuiu o uso de TBT em sistemas anti-incrustantes desde 2008. Concomitante a isso, a IMO homologou a utilização de 16 biocidas em tintas anti-incrustantes, onde os mais comuns são: Diuron, Irgarol 1051, DCOIT, Clorotalonil, Diclofluanida, Tiram, Busan, TCMS, Piridina e Trifrenilbornano Piridina (CASTRO, 2011). Embora, os novos biocidas sejam menos persistentes no ambiente, eles também estão relacionados com alguns efeitos tóxicos sobre organismos. Assim, o objetivo desse trabalho é validar uma metodologia adequada para analisar os níveis ambientais dos principais biocidas anti-incrustantes de uso atual.

### **2 REFERENCIAL TEÓRICO**

Em virtude da grande utilização de tintas anti-incrustantes em todo o mundo, é necessário conhecer o destino e o comportamento ambiental dos biocidas presentes nessas tintas. Segundo a literatura, os novos biocidas orgânicos podem ser analisados simultaneamente. As técnicas de extração mais utilizadas para determinar estes biocidas, em sedimentos marinhos, são: Extração via Soxhlet, agitação mecânica e sonificação; mas há também técnicas alternativas que vêm sendo otimizadas, como Extração Assistida por Micro-ondas, (MAE), Extração Fluída Supercrítica (SFE) e Extração Líquida Pressurizada (PLE) (SÁNCHEZ-RODRÍGUEZ, 2012). Devido à crescente utilização desses biocidas, estudos começaram a ser publicados relacionando a sua ocorrência ambiental a áreas com intenso tráfego de navegações, porém ainda faltam estudos no Brasil sobre os níveis ambientais desses biocidas (CASTRO, 2011).

### **3 MATERIAIS E MÉTODOS (ou PROCEDIMENTO METODOLÓGICO)**

As análises de Irgarol 1051, Diuron, DCOIT, Clorotalonil, Diclofluanida e TCMTB, em sedimentos, serão baseadas na metodologia descrita por Martinez e Barceló (2001) e adequadas de acordo com necessidades analíticas. A partir de uma

massa exata de sedimentos, será feita uma extração com solventes, seguido por sonificação e centrifugação. O extrato será evaporado e colocado em meio aquoso para a fase de purificação em cartuchos de Extração de Fase Sólida (SPE). Serão realizados testes para avaliar o melhor solvente de extração e purificação mais eficiente. Após a concentração do extrato sob fluxo de nitrogênio, os analitos poderão ser analisados por Cromatografia Líquida com detecção por Espectrometria de Massa em interface de eletrospray – ESI (CL-ESI-EM/EM) e cromatografia gasosa com detector de espectrometria de massas (CG/EM) de acordo com a propriedade de cada analito. A metodologia proposta será validada de acordo com os critérios estabelecidos pelo INMETRO (2007), seguindo as figuras de mérito: seletividade, linearidade e faixa de aplicação, precisão, exatidão, limite de detecção (L.D), limite de quantificação (L.Q) e robustez. O controle de qualidade também inclui a análise de brancos e matriz fortificada.

#### **4 RESULTADOS e DISCUSSÃO**

A partir do limite de detecção encontrado para os biocidas no CL-EM foram feitas fortificações em 3 níveis (1, 2 e 10 vezes o L.D) e realizadas extrações testando metanol e acetonitrila como solvente. No entanto, não houve diferença relevante quanto ao percentual de recuperação dos analitos. A validação química está sendo feita para obter os parâmetros analíticos que irão permitir a correta avaliação dos níveis de contaminação ambiental. Assim, serão buscados, por exemplo, os menores valores para limite de detecção e quantificação (concentrações em  $\text{ngL}^{-1}$ ), melhores níveis de recuperação (dentro do intervalo de 70 – 120%) e precisão (variação menor que 20%) (INMETRO, 2007).

#### **5 CONSIDERAÇÕES FINAIS**

Os dados gerados com esse projeto permitirão a elaboração de uma técnica confiável e com as melhores condições analíticas possíveis para a análise dos novos biocidas de terceira geração, de forma que poderemos gerar subsídios para melhorar a qualidade a gestão do meio ambiente.

#### **REFERÊNCIAS**

CASTRO, I. B.; WESTPHAL E.; FILLMANN, G. *Tintas anti-incrustantes de terceira geração: novos biocidas no ambiente aquático*. Química Nova 34: 1021-1031, 2011

MARTINEZ, K.; BARCELÓ, D. *Determination of antifouling pesticides and their degradation products in marine sediments by means of ultrasonic extraction and HPLC–APCI–MS*. Fresenius Journal of Analytical Chemistry 370: 940-945, 2001

INMETRO. Instituto Nacional de Metrologia Normalização e Qualidade Industrial –. *Orientações sobre Validação de Métodos de Ensaio Químicos, DOQ-CGCRE-008*. Revisão: Jun, 2007. 25p

SÁNCHEZ-RODRÍGUEZ, Á.; SOSA-FERRERA Z.; SANTANA-RODRÍGUEZ J. J. *Analytical methods for the determination of common booster biocides in marine samples*. Central European Journal of Chemistry 10: 521-533, 2012