

# APLICAÇÃO DE EXTRAÇÃO EM FASE SÓLIDA (SPE) E DESENVOLVIMENTO DE MÉTODO ANALÍTICO PARA IDENTIFICAÇÃO DE DESREGULADORES ENDÓCRINOS EM ÁGUA

*Pamela Cunha Bortoluzzi<sup>1</sup>; Isabella Ferreira Nascimento Maynard<sup>2</sup>; Eliane Bezerra Cavalcanti<sup>3,4</sup>; Álvaro Silva Lima<sup>3,4</sup>; Verônica de Lourdes Sierpe Jeraldo<sup>2,4</sup> & Maria Nogueira Marques<sup>2,4</sup>*

1) Graduação em Engenharia Química, Universidade Tiradentes (UNIT), Avenida Murilo Dantas, 300 - Farolândia, Aracaju - SE, 49032-490, E-mail: pamela.cunha@souunit.com.br;

2) Programa de Pós-graduação em Saúde e Ambiente (PSA) -UNIT

3) Programa de Pós-graduação em Engenharia de Processos (PEP) - UNIT;

4) Instituto de Tecnologia e Pesquisa (ITP);

**Palavras Chave:** plastificantes, preparo de amostras, cromatografia.

**Introdução:** as substâncias consideradas desreguladores endócrinos são em sua maioria produzidas pelo homem e encontradas em diversos materiais, dentre eles os plásticos. (MONNERET, 2017). Por meio de efluentes domésticos e industriais podem ser despejados em mananciais trazendo riscos para os organismos aquáticos e para o ser humano. Para a análise desses compostos em matrizes aquosas, pode-se utilizar do método de extração em fase sólida (SPE) e análise por cromatografia líquida. O processo de SPE é a técnica de preparação de amostra mais comum que foi introduzida como um substituto para a extração líquido-líquido (LLE), apresentando como vantagens o uso de um volume menor de amostras e de solventes orgânicos, além de apresentar uma melhor seletividade. **Objetivo:** aplicar método de extração em fase sólida e desenvolver método analítico para identificação dos desreguladores endócrinos bisfenol A e dibutilftalato em amostras de água por cromatografia líquida. **Metodologia:** para extração e pré-concentração do bisfenol A e dibutilftalato em água foi aplicada a metodologia baseada em Rocha *et al.* (2015), onde foi pré-concentrado um volume de 500 mL de amostra, sendo estas: água ultrapura, mineral, tratada e água bruta do rio São Francisco do município de Propriá (SE), em duplicata, uma com adição de padrão e outra sem. Os compostos alvo foram extraídos da matriz aquosa por meio de cartuchos de SPE C18 3 mL com 500 mg de adsorvente (e sistema *Visiprep SPE Vacuum Manifold* com bomba de vácuo. O condicionamento do cartucho C18 foi realizado com 3 mL de metanol (MeOH), seguido por 3 mL de água. Para a detecção e quantificação dos micropoluentes selecionados adaptou-se o método de cromatografia líquida de Moreira *et al.* (2011), onde foi utilizado cromatógrafo líquido (UFLC 20A) com detector de arranjo de diodos, comprimento de onda 220 nm, volume de injeção de amostra de 50 µL, fase móvel de metanol e água em modo gradiente, fluxo de 0,7 mL.min<sup>-1</sup>, coluna C18 (150mmx4.6mm) com tamanho da partícula de 2.2µm e poro de 2 nm, temperatura do forno de 40°C e tempo de corrida de 20 minutos. Sendo assim, padrões de bisfenol A e dibutilftalato foram injetados em triplicatas para construção da curva analítica nas seguintes concentrações: 0,03; 0,05; 0,10; 0,25; 0,50; 0,75; 1; 2,5; 5; 7,5 e 10 mg.L<sup>-1</sup>. **Resultados** obtidos no teste demonstraram que as quantificações estão coerentes e de acordo com o esperado, já que os valores das quantificações das amostras contendo padrão

foram maiores que as amostras sem padrão. Foram utilizadas amostras de água ultrapura como branco das análises. As quantificações obtidas para o bisfenol A e o dibutilftalato foram, respectivamente: água tratada: não quantificado (NQ) e 3,427 mg.L<sup>-1</sup>; água tratada + padrão (PD): 0,723 e 12,983 mg.L<sup>-1</sup>; água mineral: NQ e 1,227 mg.L<sup>-1</sup>; água mineral + PD: 0,459 e 2,031 mg.L<sup>-1</sup>; amostra de água bruta de Propriá: 4,976 e 4,517 mg.L<sup>-1</sup>; amostra de água bruta de Propriá + PD: 5,822 e 4,938 mg.L<sup>-1</sup>. O presente método demonstrou ser adequado para a extração dos compostos, com faixas de rendimento para o bisfenol A que variou de 46 a 85%, já o rendimento do dibutilftalato variou de 42 a 95%, e limites de detecção e quantificação para o bisfenol A 0,03 e 0,07 mg.L<sup>-1</sup>, respectivamente, e dibutilftalato 0,03 e 0,06 mg.L<sup>-1</sup>, respectivamente. **Conclusão:** o método de extração foi adequado, e apresentou bons rendimentos. Além disso, o método analítico apresentou boa linearidade (R=0,999, para o bisfenol A e dibutilftalato) e pode ser aplicado para identificação e quantificação destes compostos em matrizes aquosas.

**Agradecimentos:** CAPES, FINEP, FAPITEC.

### Referências Bibliográficas

DEHOUCK, Susana Grimalt Pieter. Review of analytical methods for the determination of pesticide residues in grapes. *Journal of Chromatography A*. S0021-9673(15)01874-9 DOI: <http://dx.doi.org/doi:10.1016/j.chroma.2015.12.076>.

MONNERET, Claude. What is an endocrine disruptor? *C. R. Biologies* 340 (2017) 403–405.

MOREIRA, M.; AQUINO, S.; COUTRIM, M.; SILVA, J.; AFONSO, R. Determination of endocrine-disrupting compounds in waters from Rio das Velhas, Brazil, by liquid chromatography/high resolution mass spectrometry (ESI-LC-IT-TOF/MS). *Environmental Technology*. Vol. 32, No. 12, September 2011, 1409–1417.

NCUBEA, Somandla; MADIKIZELAB, Lawrence Mzukisi; NINDIA, Mathew Muzi; CHIMUKA, Luke. Solid phase extraction technique as a general field of application of molecularly imprinted polymer materials. *Comprehensive Analytical Chemistry*. 2019 Elsevier B.V. ISSN 0166-526X.

ROCHA, A. A.; MONTEIRO, S. H.; ANDRADE, G. C. R. M; VILCA, F. Z.; TORNISIELO, V. L. Monitoring of Pesticide Residues in Surface and Subsurface Waters, Sediments, and Fish in Center-Pivot Irrigation Areas. *J. Braz. Chem. Soc.* 2015; v.26(11): 2269-2278.