

VALIDAÇÃO DE METODOLOGIA PARA DETERMINAÇÃO DE BTEX EM AMOSTRAS AMBIENTAIS POR GC/MS COM INJEÇÃO POR *HEADSPACE*

F. A. L. Ribeiro^{1PG}, S. Morano^{2PG}, R. P. Schneider^{2PQ}, M. M. C. Ferreira^{1PQ}

1Universidade Estadual de Campinas, Instituto de Química, Campinas/SP
(fabiana@iqm.unicamp.br), 2Universidade Estadual de São Paulo.

Palavras Chaves: BTEX, validação, GC/MS

A contaminação de solo e águas subterrâneas por vazamento de derivados de petróleo tem despertado cada vez mais a atenção dos órgãos governamentais de controle ambiental, devido ao risco que representam à população. Dentre os constituintes do petróleo, os hidrocarbonetos aromáticos benzeno, tolueno, etilbenzeno e xilenos (BTEX), tem merecido particular destaque devido ao seu baixo peso molecular e solubilidade em água, que resultam no aumento do potencial contaminante devido à facilidade com que se dispersam no meio ambiente, em especial em corpos aquáticos. Estes compostos atuam no sistema nervoso central e dependendo da concentração e tempo de exposição podem causar sonolência, tontura, fadiga, narcose e morte, além de apresentarem um potencial cancerígeno quando absorvidos em alta quantidade. Uma das metodologias sugeridas pela Agência de Proteção Ambiental americana (EPA) para análise destes contaminantes em matrizes ambientais é a cromatografia gasosa com detecção por espectrometria de massas (GC/MS), que permite a identificação e quantificação das espécies de interesse com apreciável confiabilidade. Neste trabalho, utilizou-se GC/MS com injeção de amostra por *headspace*, para a análise do BTEX em amostras de solo e aquífero, cujo protocolo foi elaborado segundo o método 8260A da Agência de Proteção Ambiental (EPA) dos Estados Unidos. A identificação dos compostos foi feita empregando-se um detector de massas do tipo *ion trap*, e pela comparação com as análises de padrões certificados, utilizando-se o clorobenzeno-d₅ como padrão interno e o tolueno-d₈ como composto *surrogate*. A implementação de qualquer técnica analítica requer uma etapa previa de validação da metodologia, para se avaliar a confiabilidade dos resultados obtidos e garantir a aplicabilidade da técnica em operações de rotina. Para os estudos de precisão e exatidão deste trabalho, os compostos foram quantificados em dois níveis de concentração (10 e 350 µg/L) cujos resultados variaram entre 2-10%. As curvas de calibração foram lineares no intervalo entre 0.6-92.8 µg/L para BTE e *orto-X*, e 1.3-187.8 µg/L para total de *meta-* e *para-xilenos*, que apresentam coeluição e foram quantificados juntos. Os valores de MDL_(99%) obtidos foram de 4 µg/L (B), 4 µg/L (T), 8 µg/L (E), 5 µg/L (*orto-X*) e 17 µg/L (*m-* e *p-X*), e os valores de EQL_(99%) obtidos foram de 5 µg/L (B), 6 µg/L (T), 10 µg/L (E), 6 µg/L (*o-X*) e 20 µg/L (*m-* e *p-X*). A recuperação média do *surrogate* em amostras de água foi de 133 µg/L, com limites de alerta (L_A) de ±4 µg/L e limites de controle (L_C) de ± 6 µg/L. Para as amostras de solo estes valores foram de 131 µg/Kg, com L_A = ±16 µg/Kg e L_C = ± 24 µg/Kg. Foram também desenvolvidos L_A e L_C para a recuperação das espécies de interesse em amostras *spiked* em dois níveis de concentração: 6 e 573 µg/L (água) e 2 e 496 µg/Kg (solo).

CAPES, FINEP, CNPQ