

ESTUDO DE COMPOSTOS ORGÂNICOS EM AMOSTRA DE EFLUENTE DO IPEN - PROGRAMA DE MONITORAMENTO AMBIENTAL

Danubia Fernandes e Elâine Arantes Jardim Martins
Instituto de Pesquisa Energéticas e Nucleares - IPEN

INTRODUÇÃO

O desenvolvimento dos grandes centros urbanos trouxe consigo a preocupação com os corpos hídricos, pois estes recebem diariamente uma enorme carga de poluentes que comprometem sua qualidade. Dentre os poluentes lançados, encontram-se os orgânicos persistentes e os disruptores endócrinos, os quais não são contemplados pela legislação vigente. Essas classes de poluentes podem produzir efeitos adversos nos organismos expostos, mesmo a baixas concentrações [1].

Os esgotos domésticos apresentam altas concentrações de produtos de limpeza e higiene pessoal, bem como fármacos, hormônios e produtos industrializados. Alguns compostos sofrem degradação no meio ambiente, porém outros são lixiviados ou escoados superficialmente [2,3].

OBJETIVO

O principal objetivo deste trabalho é identificar poluentes orgânicos persistentes e poluentes emergentes em amostras de efluente do IPEN, a fim de iniciar um monitoramento de contaminantes orgânicos contribuindo assim para o Programa de Monitoramento Ambiental.

METODOLOGIA

Utiliza-se um cromatógrafo gasoso acoplado ao detector de espectrometria de massas (GC/MS) modelo QP 5000 da *Shimadzu*. Os solventes metanol (MeOH) e diclorometano (DCM) são de grau HPLC e água ultra pura. Utilizou-se sistema de extração SPE, vidraria básica de labo-

ratório, bomba de vácuo e gás nitrogênio para secagem [2,3]. Para as curvas analíticas e testes de validação, são utilizados padrões de referências dos compostos: cafeína, androstano, estrona, estradiol, etinilestradiol, progesterona, dietilftalato, dibutilftalato, benzo[a]pireno, nonilfenol e bisfenol A.

Alíquotas de 100mL de efluente são filtradas em 0,45 μm e acidificadas a pH 3. Os compostos orgânicos são extraídos em cartuchos SPE-C₁₈ (preenchido com *octadecil*) e posteriormente eluídos com uma mistura de DCM/MeOH (60:40). Os extratos são então concentrados sob fluxo de N₂ até 2mL e analisados por CG/MS.

RESULTADOS

Devido às características dinâmicas da matriz foram realizados testes com amostras simples e compostas. Foram analisadas triplicatas das amostras simples diárias e triplicatas da amostra composta semanal para os compostos cafeína e estradiol. Os resultados são apresentados na tabela 1. Observou-se que os valores obtidos foram semelhantes, portanto o restante dos estudos foi realizado apenas em amostras compostas.

Tabela 1: Resultado das análises em amostras simples e composta.

| Composto | Concentração em $\mu\text{g.L}^{-1}$ | |
|-----------|--------------------------------------|----------|
| | Simple média semanal | Composta |
| Cafeína | 0,340 | 0,313 |
| Estradiol | 0,058 | 0,050 |

A determinação dos compostos estudados sofre interferência da matriz. Para avaliação desta interferência foi adicionado padrão à amostra composta para realizar estudos de linearidade, recuperação e seletividade dos compostos na matriz. Os valores de r^2 foram superiores a 0,97 para todos os compostos. Na tabela 2 são apresentados os resultados do estudo de recuperação e as concentrações. De acordo com a literatura, a faixa recomendada é de 50 a 120% para amostras de matrizes complexas [4].

Tabela 2: Resultado dos estudos de recuperação em matriz composta.

| Composto | Concentração adicionada ($\mu\text{g.L}^{-1}$) | % recuperada |
|----------------|--|--------------|
| Dietilftalato | 0,75 | 71,7 |
| Nonilfenol | 1,00 | 58,4 |
| Dibutilftalato | 0,75 | 66,3 |
| Bisfenol A | 1,50 | 75,1 |
| Benzo[a]pireno | 1,50 | 54,7 |
| Cafeína | 5,50 | 70,6 |
| Androstano | 0,50 | 57,2 |
| Estrona | 3,90 | 92,5 |
| Estradiol | 8,00 | 80,7 |

Na tabela 3 são apresentados os resultados obtidos para o monitoramento do efluente do IPEN no primeiro semestre de 2011. Os valores são referentes à média do período e o intervalo de concentração encontrada.

Tabela 3: Compostos monitorados no efluente no período de fevereiro a julho de 2011.

| Composto | Concentração média ($\mu\text{g.L}^{-1}$) | Intervalo $\mu\text{g.L}^{-1}$ |
|----------------|---|--------------------------------|
| Cafeína | 5,64 | <0,26 a 7,58 |
| Androstano | < 0,52 | < 0,52 |
| Estrona | < 0,08 | < 0,08 |
| Estradiol | < 0,56 | < 0,56 |
| Dietilftalato | 0,58 | 0,04 a 1,31 |
| Nonilfenol | 0,62 | < 0,02 a 1,66 |
| Dibutilftalato | 0,10 | < 0,01 a 0,20 |
| Bisfenol A | < 0,03 | < 0,03 |

Os compostos encontrados são todos provenientes de atividades antrópicas, sendo que a cafeína é considerada um marcador antrópico.

CONCLUSÕES

A metodologia mostrou-se apropriada para a determinação dos compostos avaliados, considerando a complexidade da matriz. O método é linear e apresentou índices de recuperação satisfatórios, dentro do esperado. A maioria dos compostos monitorados não é contemplada pela legislação, porém encontram-se em baixas concentrações para um efluente bruto.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1]ANA – Agência Nacional de Águas. **“Legislação Nacional e Internacional.** Disponível em: <http://www.ana.gov.br/Institucional/Legislacao/linksLegNacional2.a.sp>. Acesso em 04/03/2008.

[2]OTOMO, J.I., *et.al.* Avaliação de estrógenos nas águas destinadas ao abastecimento público na região do rio Paraíba do Sul, SP. **In: Anais do 2º Congresso Internacional de Tecnologias para o Meio Ambiente-FIEMA.** Porto Alegre-RS: FIEMA, 2010. v.2010. p.1 – 8.

[3]SOUZA, R.R. Desenvolvimento e validação de metodologia analítica para determinação de disruptores endócrinos resultantes de atividades antrópicas nas águas da região do Rio Paraíba do Sul, SP. Dissertação de Mestrado, IPEN/USP, São Paulo, 2011.

[4]RIBANI, M., *et.al.* **Validação em métodos cromatográficos e eletroforéticos.** *Química Nova*, v. 27, n. 5, p. 771-780, 2004.

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

FAPESP, CNPq e IPEN-CNEN/SP