

**ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA – EEL/USP**

**DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA**

**ANÁLISE INSTRUMENTAL**

**PROFESSORA: MARIA DA ROSA CAPRI**

## 1º SEMESTRE - 2017

<b>OBJETO</b> Análise de endrin, dieldrin, aldrin e endossulfan em água por espectrometria de massas e cromatografia líquida		<b>N.</b> COL-01	<b>REV.</b> 01	
<b>VISTO</b>		<b>Preparo e medida de curvas de calibração.</b>	<b>APLICAÇÃO</b>  Tec. Anal. Quím Aula teórica	
<b>DATA</b>	<b>INICIAL</b> 01/03/01		<b>Determinação de misturas.</b>	<b>APROVAÇÃO</b>  Maria da Rosa Capri
	<b>REVISÃO</b> 06/03/03			

### 1. Objetivo

Aldrin, Endrin, Dieldrin e Endossulfan são classificados como Pesticidas Organoclorados Persistentes (Pop's). Seus impactos ao meio ambiente e sua toxicidade têm gerado muitas discussões. Este trabalho busca diretrizes para analisar a presença do Endrin em amostras especificadas por meio de cromatografia gasosa e espectrometria de massas.

### 2. Documentos complementares

CALDAS GONÇALVES PRIMEL 2011

FLORES RIBEIRO NEVES QUEIROZ 2004

### 3. Aparelhagem

- Balança analítica

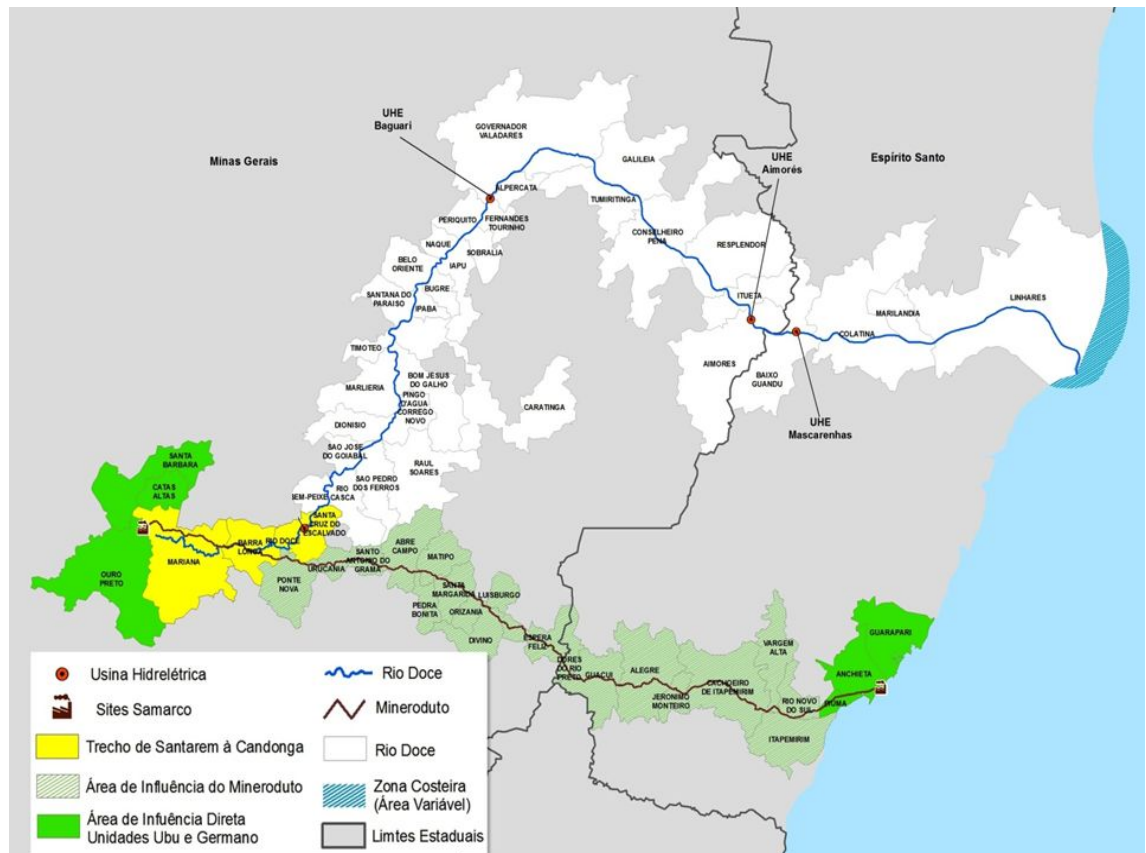
- Balão volumétrico
- Bécker
- Pissete
- Vidro de relógio
- Cromatógrafo de íons 792 Methron
- Fibra polimérica de extração pela técnica SPME

#### **4.Reagentes**

- NaHCO<sub>3</sub>
- Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>
- Acetonitrila
- Acetona
- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>
- Aldrin 2mg/L
- Eldrin 2mg/L
- Dieldrin 2mg/L
- Endosulfan 2mg/L

#### **5.Metodologia**

**5.1** As amostras foram coletadas ao longo da região afetada pela tragédia de Mariana, como observado:



A coleta foi realizada em poços artesanais em propriedades na zona rural, nos meses de janeiro a março de 2017, com o objetivo de analisar os pesticidas Aldrin, Endrin, Dieldrin e Endossulfan ainda presentes. A água dos poços é utilizada para abastecer as residências, no preparo dos insumos agrícola, na irrigação de culturas e no fornecimento para aviários e pocilgas. A profundidade dos poços amostrados varia entre 15 e 60 m. As amostras foram coletadas na torneira que recebe água diretamente do poço, após se acionar a bomba por 5 min, em frascos de vidro âmbar de 1 L (limpos conforme NBR 9898, ABNT, 1987). Os frascos foram acondicionados em caixa de isopor e mantidos sob refrigeração durante o transporte para o laboratório, onde foram conservados em geladeira (4 °C) por um período máximo de 7 dias até as análises.

## 5.2 Pré-tratamento da Amostra

A fim de realizar a remoção de possíveis interferentes nas análises de determinação de organoclorados, foi realizada a pré-concentração dos analitos por meio da técnica de microextração em fase sólida (SPME). Uma fibra de sílica não seio foi exposta nas amostras por 30 minutos até que se atingisse o equilíbrio e o analito fosse devidamente sorvido pela matriz polimérica.

O analito foi então dessorvido pelo solvente orgânico acetonitrila para posterior injeção no cromatógrafo de fase líquida.

### **5.3 Preparo do Eluente**

5.3.1 Dissolver 191 mg de carbonato de sódio (anidro) e 143 mg de de hidrogenocarbonato de sódio em 980 mL de água ultrapura.

5.3.2 Adicionar 20 mL de acetona.

### **5.4 Preparo dos Padrões dos Pesticidas**

5.4.1 Foram preparadas soluções estoque contendo os 18 pesticidas organoclorados na concentração de 80 mg L<sup>-1</sup> metanol e armazenadas a -4 °C. As soluções de trabalho foram preparadas em água ultrapura com o auxílio de balão volumétrico, pêra e bureta e armazenadas a 4 °C.

5.4.2 Foram realizadas as leituras das soluções padrão no cromatógrafo, para a determinação dos parâmetros de análise e construção da curva analítica para a determinação de concentração dos analitos na amostra

### **5.5 Leitura e determinação da concentração de cada pesticida na amostra**

5.5.1 As amostras pré-concentradas foram analisadas por cromatografia líquida, e a partir da condutividade da amostra e seu tempo de retenção de partícula, por meio de um software computacional foi construído o cromatograma e assim comparado com os parâmetros das soluções de Aldrin, Eldrin, Dieldrin e Endosulffan.

5.5.2 A partir da curva analítica previamente construída, é possível se determinar as concentrações de cada pesticida na amostra.

