

Resumo

Os éteres polibromodifenílicos são uma família de compostos denominados de retardadores de chama e são adicionados a uma variedade de produtos consumíveis de modo a retardar a sua combustão. Devido à sua toxicidade e por serem prejudiciais à saúde humana, a Convenção de Estocolmo das Nações Unidas, incluiu estas substâncias nos Poluentes Orgânicos Persistentes. Entre estes compostos, encontra-se o éter pentabromodifenílico, objecto deste estudo, por ser um dos mais presentes em águas e sedimentos.

O método de análise utilizado para a quantificação destes compostos baseou-se numa técnica de microextração em fase sólida (SPME), seguido de cromatografia gasosa com detecção por captura de electrões (GC-ECD). O limite de detecção foi de 0,77 µg/L e a incerteza global associada variou de 10 a 30 % para concentrações acima dos 10 µg/L, enquanto que para a concentração de 1 µg/L subiu drasticamente para 127%. A recuperação média obtida para o padrão de 5 µg/L (5 ensaios consecutivos) foi de 36,30%.

No que se refere à optimização das condições de extração e de injeção, foi escolhida a extração com uma fibra de PDMS 100 µm, durante 30 minutos e a uma temperatura de 60°C. A injeção foi realizada em modo split/splitless, com tempo de splitless de 1 minuto. O programa de temperaturas utilizado foi 100°C inicialmente, 50°C/min. até aos 300°C, mantendo-se 15 minutos a esta temperatura, o que permitiu diminuir o tempo de análise. Embora o pico cromatográfico do BDE-100 (congénere estudado) apareça aos $17,5 \pm 1$ minutos, este tempo é compatível com o tempo de extração.

Palavras chave: PBDEs / Cromatografia Gasosa / Microextração em Fase Sólida

Abstract

The polybrominated diphenyl ethers are a family of compounds denominated by flame retardants and are added to a variety of consumable products in way to delay its combustion. Due to its toxicity and for being harmful to the human health, the Stockholm Convention of the United Nations included these substances in the pollutant organic persistent substances. Among these compounds, we can find the pentabromodiphenyl ether, which will be the object of this study, as it is for one of the most present in water and sediments.

The analysis method used for the quantification of these compounds was based on a technique of Solid-Phase Microextraction (SPME), followed by Gaseous Chromatography with Electron Capture Detector (GC-ECD). The detection limit was 0,77 µg/L, and the global uncertainty associated floated between 10 a 30 % for concentrations above 10 µg/L whereas for the concentration of 0,1 µg/L it has increased drastically to 127 %. The medium recovery obtained for the pattern of 5 µg/L (5 consecutive rehearsals) was 36,30%.

In extraction and injection conditions optimization matters, it was chosen the extraction with a fibre of PDMS 100 µm, in a 30 minutes period and a 60°C temperature. The injection was made in split/splitless mode, with 1 minute of splitless time. The temperature programme used was initially 100°C, 50°C/min. till 300°C and was with this temperature for 15 minutes, what provoked a decrease in the analysis time. Eventhough the chromatographic peak of the BDE-100 (the homologous studied) appears at $17,5 \pm 1$ minute, this time is compatible with the extraction time.

Keywords: PBDEs/ Gaseous Chromatography/ Solid-Phase Microextraction