

Otimização de Método Cromatográfico

Matías Nahuel Ellena, Dayana Moscardi dos Santos, Eny Maria Vieira

Laboratório de Química Analítica Ambiental e Ecotoxicologia (LaQuAAE),
Instituto de Química de São Carlos, USP, SP Brasil

matiasne@usp.br

Objetivos

Preparação e validação de uma curva de calibração para cromatografia gasosa.

Métodos e Procedimentos

Preparou-se analitos de concentrações 250, 150, 100, 75, 50, 25, 10 e 5 $\mu\text{g L}^{-1}$ a partir de uma solução de uso de 1 $\mu\text{g mL}^{-1}$, feita da dissolução de uma solução padrão de concentração 1000 $\mu\text{g mL}^{-1}$ de fipronil 95% em metanol, ambas estocadas em frasco âmbar a -2°C.

A quantificação do fipronil em metanol foi analisada por um cromatógrafo a gás acoplado a um espectro de massa com gás de arraste sendo hélio a uma taxa de 1,19 ml min⁻¹; a temperatura do injetor a 280°C; volume de injeção 1 μL no modo splitless. A temperatura foi programada para iniciar em 150°C, com uma taxa de aquecimento de 25°C min⁻¹ até alcançar 250°C, mantendo-se nessa temperatura por 4 minutos. O modo de operação do espectrômetro de massas foi monitoramento seletivo de íons (SIM), e a quantificação e confirmação dos íons monitorados para o fipronil foi 367(m/z).

Resultados

A partir das análises das áreas das concentrações preparou-se a curva de calibração com a média delas, em que tempo de retenção do analito foi de 5,25 minutos. A partir da curva obteve-se o coeficiente de correlação (R^2) e a regressão linear ($y=ax+b$) (Figura 1). A partir do coeficiente angular (a) e do coeficiente linear (b) da equação que descreve a reta da curva de calibração pode-se determinar os valores dos Limites de Detecção (LD) e de

Quantificação (LQ) do método utilizado, sendo eles 0,28 e 0,86 respectivamente.

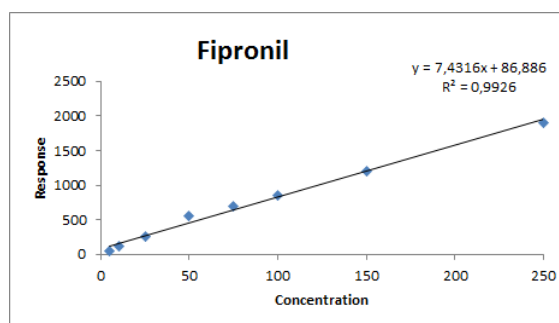


Figura 1: Curva de calibração obtida a partir das áreas para cada concentração analisada. Também são apresentados o coeficiente de relação (R^2) e a regressão linear ($y = a x + b$).

Conclusões

A partir das análises do GC-MS construiu-se a curva de calibração com as características necessárias, R^2 acima de 0,99, e com base nela obteve-se os valores de LD, 0,28, e LQ, 0,86, para o método cromatográfico utilizado sendo calculados por meio dos parâmetros analíticos, utilizando os coeficiente angular (a) e linear (b) da curva.

Referências Bibliográficas

TOFFOLI, Ana L. *et al.* Development, validation, and application of a method for the GC-MS analysis of fipronil and three of its degradation products in samples of water, soil, and sediment. J. of Environmental Science and Health. São José do Rio Preto, SP, p. 753-759. Set. de 2015.