



Universidade do Minho  
Escola de Ciências

# Implementação e Validação do Método Cromatográfico (HPLC) para a Análise de HAP (Hidrocarbonetos Policíclicos Aromáticos) em Águas

## *Implementation and validation of a chromatographic method (HPLC) for the analysis of PAH (Polycyclic Aromatic Hydrocarbons) in water*

Andreia Mónica Mendes Pereira do Vale Carvalho

Orientadores: Professor Doutor Pier Parpot

Departamento de Química da Universidade do Minho

Dr. Hugo Pimenta do Vale

Pimenta do Vale Laboratórios, Lda.

Mestrado em Técnicas de Caracterização e Análise Química

### **Resumo**

A água destinada ao consumo humano deve ser objecto de vigilância permanente. Perceber a importância para a saúde humana dos HAP encontrados nas águas vai justificar a prioridade de regular os mesmos nos sistemas de águas de consumo. Os HAP constituem uma família de compostos caracterizada por possuírem 2 ou mais anéis aromáticos condensados, estando largamente distribuídos no ambiente, alguns dos quais de origem natural e os restantes associados à actividade industrial. Podem desempenhar a função de indicadores na detecção da poluição de toalhas freáticas por esgotos, sendo a sua presença indicadora de processos de degradação de produtos orgânicos contidos nas águas residuais. Em sistemas de abastecimento de água, os HAP podem ser encontrados (mesmo depois do tratamento da água) em concentrações muito próximas às encontradas em águas subterrâneas e a legislação portuguesa em vigor relativa à qualidade da água define um conjunto de 5 HAP a serem monitorizados: Benzo(a)pireno; Benzo(b)fluoranteno; Benzo(g,h,i)perileno; Benzo(k)fluoranteno; Indeno(1,2,3-cd)pireno.

O objectivo do trabalho consistiu na implementação e respectiva validação de um método capaz de analisar e cumprir os requisitos impostos pela legislação para os HAP. Para tal, utilizou-se o método da cromatografia líquida (HPLC) recomendado pela anterior legislação portuguesa e pela EPA precedido de uma extracção em fase sólida (SPE). Uma vez que os HAP têm uma forte absorção no UV devido ao seu carácter fortemente aromático e apresentam bandas características facilmente identificáveis para cada estrutura, utilizou-se um detector de UV-Vis. Uma outra característica importante é o seu carácter fluorescente, mas infelizmente o equipamento não estava preparado com um detector de fluorescência, pelo que não foi possível fazer a sua identificação com este detector.

De modo a implementar e validar o método, foram feitas várias determinações de modo a avaliar os

tempos de retenção dos compostos, a linearidade das rectas de calibração, a determinação da gama de trabalho e do limite de quantificação. Foram avaliadas a sensibilidade, selectividade, repetibilidade, precisão e exactidão do método.

Da análise dos resultados obtidos pode concluir-se que o método é perfeitamente aplicável à análise de HAP em águas de consumo.

## **Abstract**

The drinking water must be object of permanent vigilance. Understanding the importance for human health of PAH found in water will justify the priority of their regulation in drinking water systems. The PAH are a family of compounds which are characterized by 2 or more condensed aromatic rings, being widely distributed in environment, some of natural origin and the rest associated to industrial activity.

They can play an important role as indicators of pollution by sewage in courses of water, indicating processes of degradation of organic products yield in residual waters. In drinking waters systems, PAH may be found (even after water treatment) in concentrations near of those found in subterranean water and the Portuguese legislation defines a set of 5 PAH to be monitored: Benzo(a)pyrene; Benzo(b)fluoranthene; Benzo(g,h,i)perylene; Benzo(k)fluoranthene; Indeno(1,2,3-cd)pyrene.

The object of this work was the implementation and validation of a method capable of analyse and full fill the requests demanded by legislation for the analysis of HAP in water. It was used the Liquid Chromatographic Method (HPLC) recommended by the previous Portuguese legislation and by EPA proceeded of an extraction in solid phase (SPE). Once PAH have a strong absorption in UV due to their strongly aromatic character and present easily identifiable bands for each structure, it was used a UV-Vis detector. Another important feature of PAH is their fluorescent character, but unfortunately the equipment was not prepared with a fluorescence detector and it was not possible to identify the compounds with this detector.

To perform the implementation and validation of the method, were made a series of determinations to evaluate the time of retention of the compounds, linearity of the calibration curves, determination of the work range and limit of quantification. It was also evaluated the sensibility, selectivity, repeatability, precision and accuracy of the method.

From the analysis of the results we may conclude that the method is applicable to the analysis of PAH in drinking water.