

COMPARAÇÃO DE MÉTODOS ANALÍTICOS PARA DETERMINAÇÃO DE CONTAMINANTES ORGÂNICOS DE PREOCUPAÇÃO EMERGENTE EM ESGOTO E ÁGUAS RESIDUÁRIAS

Jaqueline Kin¹

Endi Adriano Fures²

Fernando Henrique Borba³

Liziara Da Costa Cabrera⁴

Palavras-chave: UPLC-MS/MS, preparo de amostras, monitoramento ambiental.

INTRODUÇÃO

A presença de contaminantes orgânicos de preocupação emergente (COEs) em sistemas aquáticos tem despertado crescente interesse científico, especialmente em função de sua ocorrência em águas residuárias e estações de tratamento de esgoto (ETEs). Esses compostos incluem fármacos, hormônios, produtos de higiene pessoal, agrotóxicos e outras substâncias associadas ao consumo cotidiano e decorrentes das atividades domésticas, hospitalares, agrícolas e industriais. Mesmo presentes em baixas concentrações, a introdução contínua dos COEs no ambiente pode representar riscos aos ecossistemas aquáticos, à qualidade dos recursos hídricos e, potencialmente, à saúde humana.

As ETEs reduzem a carga poluidora lançada nos corpos receptores, principalmente quanto à remoção de matéria orgânica, sólidos suspensos e nutrientes. Contudo, os sistemas convencionais não foram projetados especificamente para remover compostos em concentrações traço, o que pode favorecer a permanência de determinados COEs nos efluentes tratados. Estudos de ocorrência reportam substâncias como sulfametoxazol, ciprofloxacino, carbamazepina, ibuprofeno, triclosan e cafeína em afluentes e efluentes de

¹ Mestranda em Ambiente e Tecnologias Sustentáveis, Universidade Federal da Fronteira Sul, *campus* Cerro Largo/RS, jaqueline_kin@estudante.uffs.edu.br.

² Doutorando em Engenharia Civil e Ambiental, Universidade Federal de Santa Maria, *campus* Santa Maria/RS, endiadrianofures@gmail.com.

³ Professor Doutor na Universidade Federal da Fronteira Sul, *campus* Cerro Largo/RS, fernando.borba@uffs.edu.br.

⁴ Professora Doutora na Universidade Federal da Fronteira Sul, *campus* Cerro Largo/RS, liziara.cabrera@uffs.edu.br.

ETEs, evidenciando a necessidade de métodos analíticos adequados para seu monitoramento (JIANG et al., 2024).

A determinação de COEs em esgoto e águas residuárias representa um desafio analítico, pois essas matrizes apresentam composição variável, matéria orgânica, sólidos suspensos e interferentes capazes de afetar a resposta instrumental. Assim, o preparo de amostras e a escolha da técnica de separação e detecção são etapas decisivas para a obtenção de resultados confiáveis.

Diante disso, este trabalho tem como objetivo realizar uma revisão bibliográfica comparativa sobre métodos analíticos empregados na determinação de COEs em esgoto, águas residuárias e demais matrizes aquosas. A abordagem adotada consiste na análise de estudos científicos que descrevem estratégias de preparo de amostras, técnicas cromatográficas acopladas à espectrometria de massas e contribuições metodológicas para o monitoramento ambiental.

DESENVOLVIMENTO

Trata-se de uma revisão bibliográfica, elaborada a partir de estudos publicados entre 2023 e 2026, relacionados à aplicação de métodos analíticos para determinação de COEs em águas residuárias, esgoto e outras matrizes aquosas. Foram considerados trabalhos que descrevem preparo de amostras, sorventes, sistemas de separação/detecção e parâmetros analíticos, priorizando a comparação entre as abordagens metodológicas empregadas.

Entre as estratégias de preparo de amostras, destacam-se a extração em fase sólida (SPE), a microextração líquido-líquido dispersiva (DLLME) e a extração em fase sólida magnética (MSPE). A SPE permite pré-concentração dos analitos e remoção de interferentes; a DLLME apresenta baixo consumo de solventes e elevada capacidade de enriquecimento; e a MSPE simplifica a separação do sorvente por meio de campo magnético. Essas técnicas têm sido associadas a sistemas LC-MS/MS, UHPLC-MS/MS e UPLC-MS/MS em estudos ambientais (El-Deen *et al.*, 2023; Kalaboka; Sakkas, 2023; Méndez-Catalán *et al.*, 2024).

A UPLC-MS/MS tem sido aplicada à determinação de COEs por combinar eficiência cromatográfica, seletividade e sensibilidade. A técnica permite identificar e quantificar simultaneamente compostos de diferentes classes químicas em baixas concentrações, mesmo em matrizes com interferentes, dando suporte a métodos multirresíduo em águas residuárias e demais matrizes ambientais (Mostafa *et al.*, 2023; Weerasooriyagedara *et al.*, 2026).

A partir dos estudos selecionados, foi realizada uma síntese comparativa dos principais aspectos metodológicos empregados na determinação de COEs, considerando matriz analisada, preparo de amostras, técnica instrumental e contribuição de cada trabalho. Essa comparação permite visualizar tendências no uso de estratégias de extração, separação e detecção aplicadas ao monitoramento desses contaminantes em matrizes aquosas.

Quadro 1 – Comparação de métodos analíticos revisados.

Referência	Matriz	Preparo e análise	Contribuição
Bracamontes-Ruelas et al. (2025)	Esgoto de ETE municipal	SPE associada à UPLC-MS/MS	Aplicação em ETE real
Méndez-Catalán et al. (2024)	Águas residuárias e água do mar	SPE automatizada associada à UHPLC-MS/MS	Automação efeito de matriz
Mostafa et al. (2023)	Afluente e efluente de ETEs	SPE-UHPLC-MS/MS	Método multiclasse para fármacos
Weerasooriyagedara et al. (2026)	Matrizes aquáticas variadas	SPE-LC-MS/MS multiclasse	Validação de método para 39 COEs
Kalaboka; Sakkas (2023)	Águas residuárias	MSPE com materiais magnéticos e UHPLC-Orbitrap-MS	Uso de sorventes magnéticos

Fonte: Elaborado pelos autores com base nos estudos revisados (2026).

A síntese apresentada no Quadro 1 evidencia a predominância de métodos cromatográficos acoplados à espectrometria de massas, com destaque para a SPE associada à UPLC-MS/MS ou UHPLC-MS/MS. Os estudos diferem quanto às matrizes, aos sorventes e à automação do preparo, mas convergem ao demonstrar a necessidade de métodos sensíveis, seletivos e compatíveis com matrizes complexas.

RESULTADOS, AVANÇOS E REFLEXÕES

A comparação dos estudos indica que a SPE permanece como a estratégia de preparo mais consolidada para a determinação de COEs em matrizes aquosas, devido à pré-concentração dos analitos, remoção de interferentes e compatibilidade com sistemas cromatográficos acoplados à espectrometria de massas. Apesar dessa predominância, a DLLME e a MSPE também apresentam potencial para aplicações ambientais, pois a DLLME reduz o consumo de solventes e favorece o enriquecimento dos analitos, enquanto a MSPE simplifica a separação do sorvente por meio de materiais magnéticos.

A comparação dos parâmetros analíticos reportados reforça diferenças entre as abordagens avaliadas. Métodos baseados em SPE associada à espectrometria de massas apresentaram recuperações entre 70 e 130%, baixos limites de detecção e boa precisão

analítica. Em estudos com SPE-UPLC-MS/MS aplicados a afluentes e efluentes de ETEs, as recuperações variaram de 70,4 a 112,2% em afluentes e de 74,0 a 107,8% em efluentes, com limites de detecção na faixa de ng L^{-1} . A SPE automatizada associada à UPLC-MS/MS apresentou recuperações entre 74,7 e 109%, além de maior reprodutibilidade e possibilidade de processamento simultâneo de amostras. Já a MSPE apresentou recuperações entre 58,4 e 102,6%, dependendo do material magnético empregado. Em termos operacionais, a SPE se destaca pela consolidação e facilidade de padronização, a DLLME pelo menor consumo de solventes e a MSPE pela simplificação da separação do sorvente, embora dependa do desempenho dos materiais magnéticos empregados (Kalaboka; Sakkas, 2023; Méndez-Catalán *et al.*, 2024; Mostafa *et al.*, 2023; Weerasooriyagedara *et al.*, 2026).

Como avanço metodológico, observa-se a consolidação de métodos multirresíduo por UPLC-MS/MS, UHPLC-MS/MS e LC-MS/MS, que possibilitam avaliar simultaneamente diferentes classes de compostos em baixas concentrações. Entre as dificuldades identificadas, destacam-se a diversidade química dos COEs, os efeitos de matriz e a necessidade de validação adequada dos métodos, incluindo seletividade, linearidade, recuperação, precisão, limites de detecção e quantificação.

CONSIDERAÇÕES FINAIS E PROJEÇÕES

A revisão comparativa demonstra que a determinação de COEs em esgoto e águas residuárias depende da integração entre preparo de amostras adequado e técnicas analíticas de alta sensibilidade. A SPE se destaca como técnica consolidada, enquanto DLLME e MSPE surgem como alternativas promissoras, associadas à redução de solventes, simplificação operacional e uso de novos materiais sorventes.

A UPLC-MS/MS tem demonstrado ser uma ferramenta analítica adequada para o desenvolvimento de métodos multirresíduo, devido à sua elevada seletividade, sensibilidade e capacidade de quantificação de contaminantes em concentrações traço. No entanto, ainda há necessidade de ampliar os estudos comparativos envolvendo diferentes sorventes, solventes de extração, estratégias de automação, tempo de preparo das amostras e outros parâmetros experimentais, considerando as condições e a infraestrutura de cada laboratório. Essas investigações permitirão avaliar de forma mais abrangente os efeitos de matriz e os parâmetros de validação, contribuindo para o desenvolvimento de métodos mais robustos, confiáveis e aplicáveis ao monitoramento ambiental de contaminantes orgânicos de preocupação emergente (COEs) em matrizes complexas. Além disso, os resultados deste

trabalho fornecem uma base para futuras pesquisas voltadas ao aprimoramento de métodos analíticos destinados à determinação de COEs em diferentes matrizes ambientais.

REFERÊNCIAS

BRACAMONTES-RUELAS, A. R.; IBARRA-RODRÍGUEZ, D.; RODRÍGUEZ-CAMPOS, J.; VELÁZQUEZ-FERNÁNDEZ, J. B.; REYES-VIDAL, Y.; REYNOSO-CUEVAS, L. Evaluation of the presence of emerging contaminants in a municipal wastewater treatment plant in Durango, Mexico. **Case Studies in Chemical and Environmental Engineering**, v. 11, p. 101218, 2025. DOI: 10.1016/j.cscee.2025.101218.

EL-DEEN, A. K.; ELMANSI, H.; BELAL, F.; MAGDY, G. Recent advances in dispersion strategies for dispersive liquid–liquid microextraction from green chemistry perspectives. **Microchemical Journal**, v. 191, p. 108807, 2023. DOI: 10.1016/j.microc.2023.108807.

JIANG, T.; WU, W.; MA, M.; HU, Y.; LI, R. Occurrence and distribution of emerging contaminants in wastewater treatment plants: A globally review over the past two decades. **Science of The Total Environment**, v. 951, p. 175664, 2024. DOI: 10.1016/j.scitotenv.2024.175664.

KALABOKA, M.; SAKKAS, V. Magnetic Solid-Phase Extraction Based on Silica and Graphene Materials for Sensitive Analysis of Emerging Contaminants in Wastewater with the Aid of UHPLC-Orbitrap-MS. **Molecules**, v. 28, n. 5, p. 2277, 2023. DOI: 10.3390/molecules28052277.

MÉNDEZ-CATALÁN, J.; SOCAS-HERNÁNDEZ, C.; JIMÉNEZ-SKRZYPEK, G.; HERNÁNDEZ-BORGES, J.; GONZÁLEZ-SÁLAMO, J. Evaluation of the presence of emerging contaminants in wastewater and seawater using automated solid-phase extraction and ultra-high-performance liquid chromatography coupled to tandem mass spectrometry. **Journal of Chromatographic Analysis**, v. 2, p. 100178, 2024. DOI: 10.1016/j.jcoa.2024.100178.

MOSTAFA, A.; SHAABAN, H.; ALQARNI, A.; AL-ANSARI, R.; ALRASHIDI, A.; AL-SULTAN, F.; ALSULAIMAN, M.; ALSAIF, F.; AGA, O. Multi-class determination of pharmaceuticals as emerging contaminants in wastewater from Eastern Province, Saudi Arabia using eco-friendly SPE-UHPLC-MS/MS: Occurrence, removal and environmental risk assessment. **Microchemical Journal**, v. 187, p. 108453, 2023. DOI: 10.1016/j.microc.2023.108453.

WEERASOORIYAGEDARA, M.; PARTINGTON, J. M.; ALGHAMDI, W.; AKELE, M. L.; FREGUIA, S.; CLARKE, B. O. Development and validation of a multi-class solid-phase extraction and liquid chromatography tandem mass spectrometry method for emerging contaminants in water. **Journal of Chromatography A**, v. 1768, p. 466655, 2026. DOI: 10.1016/j.chroma.2026.466655.