

Novo método para análise de etanol em água de chuva utilizando GC-FID por 'headspace': resultados preliminares

Fernanda Furlan Giubbina¹(PG)*, Bruno S. De Martinis¹ (PQ), Maria Lúcia A. M. Campos¹ (PQ)

Departamento de Química, Faculdade de Filosofia Ciências e Letras de Ribeirão Preto, USP. *fernandafg@usp.br

Palavras Chaves: etanol, cromatografia gasosa, headspace.

Introdução

A análise de etanol em matrizes aquosas tem grande importância sob o ponto de vista ambiental. Nenhum dos métodos encontrados na literatura utiliza a técnica CG-FID por "headspace" (HS) para esse fim. Um método recente utilizou CG-FID por SPME¹, que é uma técnica relativamente complexa quando comparada à simplicidade do HS. O objetivo deste trabalho é desenvolver um novo método para análise de etanol em meio aquoso utilizando CG-FID por HS, com aplicação na determinação de etanol em amostras de água de chuva.

Resultados e Discussão

O cromatógrafo a gás utilizado foi da marca Agilent GC 7890 A, com coluna capilar de sílica fundida Carbowax (30m x 0,25mm I.D., espessura 0,25 µm; Chrompack). Os padrões e amostras (1mL), antes de serem analisados, foram agitados por 10 min a 80°C em um frasco com capacidade de 10mL; a temperatura do injetor foi 220°C e do detector 300°C. O gás carregador foi N₂ com vazão de 5 mL min⁻¹, e as amostras injetadas no modo *split*, com o auxílio de um amostrador automático. Foram testadas diversas rampas de aquecimento e os melhores resultados foram obtidos utilizando: temperatura da coluna de 50 °C (2 min) com aquecimento de 35 °C min⁻¹ até atingir 180°C. Um exemplo de cromatograma é mostrado na Figura 1. O pico em ~ 2 min se refere à pressão no septo no momento da injeção. Os picos de 1 a 4 ainda não foram identificados.

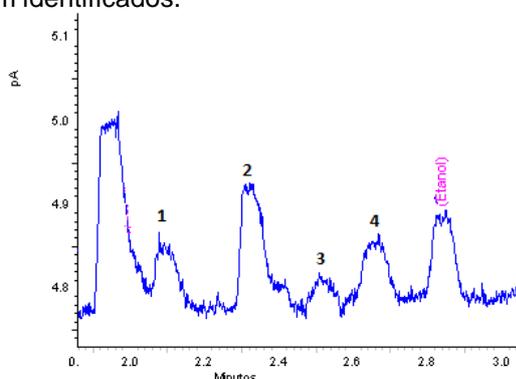


Figura 1: Cromatograma (em pA) da amostra de chuva de 23/07/13 contendo 5,61 µmol L⁻¹ de etanol.

Cada ponto da curva analítica foi obtido após a análise de 3 réplicas, resultando em um DPR das áreas de 2,2% a 26% (Fig. 2) O método apresentou boa linearidade ($r = 0,9921$), boa sensibilidade ($y = 1199 \times [\text{etanol}] + 433$), com LD e LQ de 0,1 e 1,0 µmol L⁻¹, respectivamente. As taxas de recuperação do método para 3 concentrações distintas variaram de 95,3% a 102,5%. O uso de isobutanol como padrão interno não se mostrou adequado, e portanto novas substâncias serão testadas.

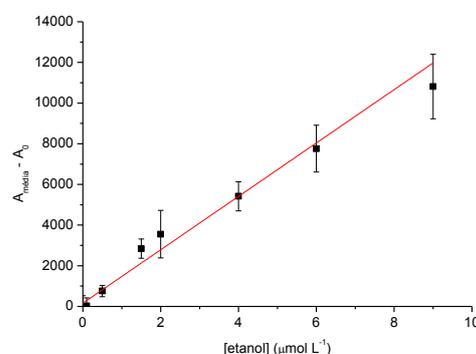


Figura 2: Curva analítica de etanol utilizando GC-FID HS.

As concentrações de etanol na água de chuva estiveram acima do LQ do método e dentro da faixa linear de trabalho (Tab. 1).

Tabela 1: Concentração de etanol em amostras de chuva de Ribeirão Preto.

Data coleta	etanol (µmol ⁻¹)
23/07/2013	5,61
15/10/2013	7,54
06/11/2013	2,72

Conclusões

O método desenvolvido utilizando GC-FID HS mostrou ser adequado para análise de etanol em água de chuva, além de ser relativamente simples e rápido. O pequeno volume de amostra necessário permite a análise de eventos de chuva de baixa intensidade. O uso de padrão interno adequado, deverá aumentar a exatidão do método.

Agradecimentos

USP, CAPES e FAPESP.

¹Kieber, R. J.; Guy, A. L.; Roebuck, J. A.; Carroll, A. L.; Mead, R. N.; Jones, S.; Giubbina, F. F.; Campos, M. L. A. M.; Willey, J. D.; Avery, G. B. *Analytical Chemistry*, **2013**, 85, 6095–6099.