

# Fibras de Vidro $\text{Li}_2\text{O-ZrO}_2\text{-BaO-SiO}_2$ Recobertas com Óxido de Zinco Como Suportes Para Micro-extração em Fase Sólida.

Cristian Berto da Silveira<sup>1</sup> (PQ), Elvio Antonio de Campos<sup>2</sup> (PQ)<sup>\*</sup>, Ricardo Schneider<sup>2</sup> (IC) e Silvia Denofre de Campos<sup>2</sup> (PQ). eac513@unioeste.br

1 – Centro de Ciências Agrárias – Udesc – Campus de Lages, Lages, SC

2 – Centro de Engenharias e Ciências Exatas – Unioeste - Campus de Toledo, Toledo - PR

Palavras Chave: micro-extração em fase sólida, fibras de vidro, cromatografia a gás, modificação de superfícies.

## Introdução

A micro-extração em fase sólida (SPME, Solid Phase Microextraction), mostra-se uma técnica analítica promissora, pois dispensa a utilização de solventes para extração do analito. A possibilidade de minimização da geração de resíduos, aliada a alta sensibilidade e repetibilidade contribuem para que esta técnica se torne um alvo interessante de pesquisas científicas. O presente trabalho, mostra os resultados de um estudo, onde foram produzidas fibras de vidro baseadas no sistema  $\text{Li}_2\text{O-ZrO}_2\text{-BaO-SiO}_2$ , que foram submetidas à modificação química superficial com ZnO. Fibras recobertas com ZnO tiveram suas propriedades adsorventes avaliadas frente à técnica de SPME, com detecção por cromatografia gasosa, usando-se os analitos metanol, etanol, benzeno, tolueno e xileno em solução aquosa.

## Resultados e Discussão

Fibras de vidro  $\text{Li}_2\text{O-ZrO}_2\text{-BaO-SiO}_2$  foram preparadas da forma descrita na literatura<sup>1</sup>, e imersas, por 40min a 50°C, em uma solução 3:1 (v/v), de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  conc. e  $\text{H}_2\text{O}_2$  30%, respectivamente. Foram lavadas com água destilada e hidrofílicas em solução 3:1 de NaOH 3 mol/L e  $\text{H}_2\text{O}_2$  30%, mantendo-as por 40min a 50°C. Depois, foram lavadas e mantidas em água destilada por 40min a 50°C, para retirada da solução hidrofílica e então, secas ao ar por 12 horas. Em seguida, foram tratadas por 60min a 150°C. O recobrimento com ZnO foi feito pela imersão destas fibras em solução aquosa acetato de zinco 0,25mol/L neutralizada com  $\text{NH}_4\text{OH}$  conc. Foram 8 ciclos de imersão/emersão com o tempo de imersão de 1min, cada um deles seguido de tratamento térmico a 300°C, por 20min. As fibras modificadas foram condicionadas no sistema de injeção do cromatógrafo a gás Trace GC Ultra a 170°C por 120min. O injetor e detector foram mantidos em 170°C e 300°C, respectivamente. Para a separação cromatográfica dos analitos foi utilizada uma coluna capilar CWAX 20M. Para avaliar a capacidade adsorvente destas fibras, as mesmas foram expostas a uma mistura equimolar metanol:etanol, sendo o contato da fibra modificada feito com o *headspace* de tal solução. A

Figura 1 mostra os cromatogramas obtidos em diferentes tempos de dessorção.

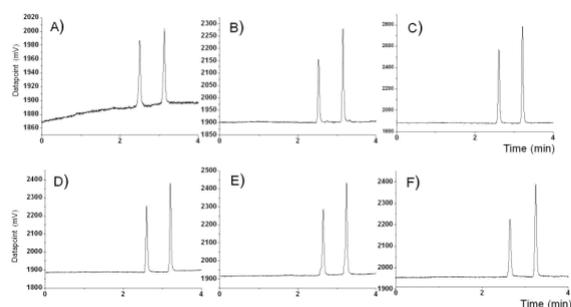


Figura 1: Cromatogramas obtidos pela exposição de 1,3 cm da fibra com ZnO em *headspace* de solução equimolar de metanol:etanol. Tempo de dessorção 3min (A); 5min (B); 10min (C); 15min (D); 20min (E) e 30min (F). Abertura do modo *splitless* de 0,80min. Temp. inicial 40°C, aumento até 120°C à 40°C/min, permanência por 2min, aumento 150°C à 40°C/min, permanência por 2min.

O primeiro pico corresponde ao metanol e o segundo ao etanol. Nota-se maior área do pico referente ao etanol, mesmo este tendo pressão de vapor inferior a do metanol, o que é indicio de maior afinidade por aquele. Os estudos cromatográficos com soluções aquosas de tolueno, benzeno e xileno, mostraram também a adsorção destes às fibras modificadas, sendo a maior afinidade observada para o xileno, presente numa solução dos três analitos na concentração de 28,7 ppm.

## Conclusões

Fibras do vidro  $\text{Li}_2\text{O-ZrO}_2\text{-BaO-SiO}_2$  tiveram a superfície modificada com ZnO e apresentaram-se potencialmente aplicáveis à adsorção de metanol, etanol, benzeno, tolueno e xileno, a partir do contato com o *headspace* de soluções aquosas.

## Agradecimentos

Os autores agradecem a FUNTEC – Toledo/PR e R. Schneider agradece ao CNPq, pela bolsa.

<sup>1</sup> Oliveira, A. F.; Silveira, C. B.; Campos, S. D.; Campos, E. A.;  
Talanta, **2004**, 66, 1, 74.