

Fibra de Vidro Recoberta com ZnO Como Suporte Para Análise de Trihalometanos por HS-SPME-CG

Wagner A. J. Favreto(PG), Elvio A. de Campos*(PQ), Silvia D. de Campos(PQ) e Fernando Palú(PQ)

* elvioantonio@uol.com.br

Centro de Eng. e Ciências Exatas/Universidade Estadual do Oeste do Paraná – Unioeste, Toledo – PR.

Palavras Chave: fibra de vidro, óxido de zinco, HS-SPME-CG, trihalometanos.

Introdução

Fibras de vidro de composição $\text{Li}_2\text{O-ZrO}_2\text{-BaO-SiO}_2$ em proporções molares apropriadas foram obtidas pelo método de fusão clássica, seguido do estiramento da massa vítrea fundida, controlando-se o diâmetro através da velocidade de estiramento. Estas fibras foram recobertas com ZnO, utilizando-se da técnica sol-gel em “dip-coating”, pelos métodos de deposição dos géis polimérico inorgânico (1) e orgânico (2), tendo o acetato de zinco dihidratado como precursor. As fibras quimicamente modificadas foram submetidas a testes analíticos utilizando a técnica de HS-SPME-CG, onde avaliou-se a capacidade adsorvente do recobrimento, estudando a seletividade e sensibilidade analítica do mesmo frente aos trihalometanos (THM's) CHCl_3 , CHCl_2Br , CHClBr_2 e CHBr_3 .

Resultados e Discussão

A morfologia das fibras foi avaliada por MEV e o recobrimento com óxido de zinco sobre a superfície das fibras foi mapeado por EDS através das linhas K_α e L_α do zinco, sendo observado uma camada de ZnO sobre as fibras depois de ambos os métodos de recobrimento. No entanto, verificou-se que pela técnica de deposição (1), feito com acetato de zinco 0,25mol/L, neutralizado com NH_4OH para pH 7, as fibras apresentam recobrimento bastante espesso, mas sem porosidade aparente, como mostrado nas Figuras 1. A técnica de (2), Figuras 2, feito com acetato de zinco/ácido cítrico 0,25 mol/L e dietileno-glicol como solvente, resulta em fibras com recobrimento homogêneo, espesso e poroso.

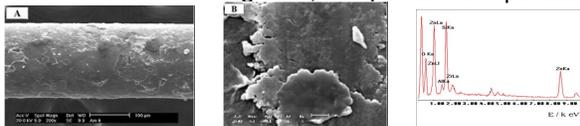


Fig.1. Imagens da fibra modificada com ZnO pelo método gel polimérico inorgânico, com aumento de 200x (A) e 10000x (B). Espectro EDS ao lado.

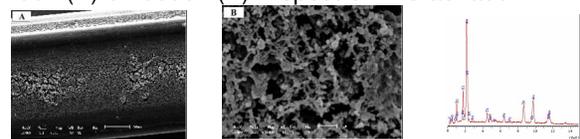


Fig.2. Imagens da fibra modificada com ZnO pelo método gel polimérico orgânico, com aumento de 250x (A) e 5000x (B). Espectro EDS ao lado.

32ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

Desta forma, utilizaram-se as fibras recobertas pelo método do gel polimérico orgânico, para determinações cromatográficas de THM's em solução aquosa. Utilizou-se de extração em “headspace” (HS) por Microextração em Fase Sólida (SPME) e (HS-SPME) conjugada a Cromatografia Gasosa (CG). Utilizou-se o CH_2Cl_2 como padrão interno e coluna de sílica fundida RTX-624, da Ohio Valley e cromatógrafo Varian 3900, HS-CG, com detector FID. Usou-se o hélio ultrapuro, 2 mL/min, como gás de arraste. As temperaturas do injetor foi de 250° C e a do detector de 280° C e a de encubamento no “headspace” foi de 60° C pelo tempo de 60 min. O tempo ideal de extração dos analitos foi de 20 min. e o tempo de dessorção de 10 min. Os parâmetros analíticos que comprovam a aplicabilidade das fibras recobertas com ZnO como suportes para análise dos THM's encontram-se na Tabela 1. Para ambos analitos observou-se correlação linear superior a 0,9900 e recuperação de 95% a105%.

Tabela 1. Parâmetros analíticos obtidos para a determinação de THM's em água usando-se fibra de vidro recoberta com ZnO em sistema HS-SPME-CG

Análito	Tempo de retenção/s	Faixa de linearidade / ng mL ⁻¹	Limite de detecção / ng mL ⁻¹
CHCl_3	11,7	30 a 500	15
CHCl_2Br	18,6	20 a 250	10
CHClBr_2	20,1	20 a 250	10
CHBr_3	23,2	10 a 100	5

Conclusões

Fibras de vidro compostas de $\text{Li}_2\text{O-ZrO}_2\text{-BaO-SiO}_2$ foram recobertas com ZnO, sendo potencialmente aplicáveis como suportes para análise de trihalometanos por microextração em fase sólida conjugada a HS-CG.

Agradecimentos

À Pratti & Donaduzzi e à Biocinese / Toledo – PR e à Fundação Araucária.