

DESENVOLVIMENTO DE METODOLOGIA ANALÍTICA PARA DETERMINAÇÃO DE TRIHALOMETANOS EM ÁGUAS POR GC-ECD HEADSPACE

Modalidade: () Ensino (X) Pesquisa () Extensão

Nível: () Médio () Superior (X) Pós-graduação

Área: (X) Química () Informática () Ciências Agrárias () Educação () Multidisciplinar

Autores: Marcos Afonso SOARES¹, Bruna Heloisa KLINKOWSKI², Dilamara Riva SCHARF³, Endler Marcel BORGES³, Edesio Luiz SIMIONATTO³.

Identificação autores: ¹Bolsita CNPq; ²Aluno de Graduação; ³Professor FURB – Universidade Regional de Blumenau.

Introdução

A água é uma necessidade absoluta para a vida, deve ter uma qualidade apropriada, ser livre de quaisquer organismos que possam causar enfermidades, de minerais e substâncias orgânicas que produzam efeitos fisiológicos adversos (KUROSHIMA *et al.*, 2007). Ainda hoje existem alguns países que consomem água sem um tratamento adequado. Podemos citar o Timor Leste, país localizado no Sudoeste Asiático e que teve sua independência em 1975.

O agente químico mais comum utilizado no processo de desinfecção de águas de abastecimento é o cloro, por oferecer mais vantagens em relação a outros métodos de desinfecção, pela facilidade de utilização e pelo ponto de vista econômico (RODRIGUES *et al.*, 2007).

O uso de cloro para a desinfecção da água para o consumo humano resultou na redução da transmissão de doenças de veiculação hídrica durante o século XX. Entretanto, passou-se a ter a ingestão involuntária de subprodutos da cloração, dentre eles destaca-se os trihalometanos (THMs), formados quando o cloro reage com a matéria orgânica e/ou com o brometo que está naturalmente presente na água (GONG *et al.*, 2010).

Ainda na década de 1980, com a divulgação da correlação entre THMs e câncer alguns países adotaram um valor máximo para THMs em águas de abastecimento público. No Brasil os valores máximos permitidos de trihalometanos em água potável são de 0,1 mg L⁻¹ e estão descritos na Portaria do Ministério da Saúde, Nº 2914, de 12 de dezembro de 2011. No Timor Leste, o valor estabelecido é o mesmo aplicado no Brasil, mas ainda não existe um monitoramento deste parâmetro. O monitoramento da qualidade da água tratada no Timor Leste se restringe a parâmetros físico-químicos básicos como pH, turbidez, cloro residual total, etc. (TIMOR-LESTE, 2011; EHD 2009)

É objetivo do Governo do Timor Leste, através do Plano Nacional de Desenvolvimento Estratégico 2011-2030, que até 2030, todos os cidadãos do País tenham acesso a água potável, com reestruturação das ETA e do sistema de distribuição de água (TIMOR-LESTE, 2011). Uma parceria com a Universidade Regional de Blumenau – FURB foi estabelecida e cidadãos timorenses estão cursando mestrado em Química e desenvolvendo metodologias que poderão ser aplicadas no Timor Leste, contribuindo para a melhora da qualidade da água consumida pela população.

No presente trabalho, propõe-se utilizar a técnica de Cromatografia Gasosa com Detector de Captura de Elétrons (GC-ECD) para desenvolver uma metodologia rápida, barata e eficaz para a quantificação de THMs.

Material e Métodos

No preparo das soluções padrão utilizou-se água tipo Milli-Q que foi previamente fervida por 30 minutos. Deixou-se esfriar e após colocou-se 10 mL desta água em frasco de borosilicato com capacidade de 40 mL para preparo das diferentes concentrações da curva analítica. Uma mistura padrão de THM's (clorofórmio, bromodiclorometano, dibromoclorometano e bromofórmio) da marca Supelco Analytical foi diluída em metanol (JTBaker), obtendo-se uma solução estoque de 40 mg L^{-1} (ppm). A curva analítica foi construída utilizando-se as concentrações de 2, 4, 8, 12, 16 e $20 \text{ } \mu\text{g L}^{-1}$ (ppb), injetadas em triplicata. Cada solução foi aquecida durante 25 segundos em micro-ondas e após foi coletada uma alíquota de 1 mL da fase *headspace* em seringa tipo *Gastight* marca SGE e imediatamente foi injetado no cromatógrafo gasoso. Após cada injeção de amostra a seringa foi limpa com gás nitrogênio (N_2). Foi utilizado um Cromatógrafo Gasoso com Detector de Captura de Elétrons (GC-ECD), modelo GC-2010 da Shimadzu. Utilizou-se uma coluna capilar RTX-5 (30 m x 0,25 mm d.i. x 0,25 μm de espessura do filme). O gás de arraste foi hélio com fluxo constante de 1 mL min^{-1} . A razão do *split* foi de 1/15 e injetou-se 1 mL da fase *headspace*. A temperatura do injetador foi de $200 \text{ }^\circ\text{C}$ e do detector de $200 \text{ }^\circ\text{C}$ também, com fluxo de N_2 de 30 mL min^{-1} . A temperatura inicial da coluna foi de $35 \text{ }^\circ\text{C}$ (5 min), com aumento de $15 \text{ }^\circ\text{C min}^{-1}$ até $120 \text{ }^\circ\text{C}$ (2 min). Amostras reais de água foram coletadas nos bebedouros do Bloco I, no Campus II da FURB e analisadas por esta metodologia.

Resultados e discussão

Hoje existem muitas técnicas para quantificação de trihalometanos, podemos citar a determinação por *hedspace* automatizado. Porém o custo de um cromatógrafo gasoso com sistema de *headspace* automatizado pode ser elevado. Como um dos objetivos deste trabalho foi desenvolver uma metodologia com baixo custo, optou-se por fazer aquecimento da amostra por micro-ondas e injeção manual.

A linearidade é a resposta obtida em função da concentração do analito, a qual deve ser estudada em um intervalo de concentração apropriada. A linearidade na prática é determinada por intermédio de gráficos de calibração, seguidos de tratamento estatístico ou muitas vezes denominados curvas analíticas. (LANÇAS, 2004) Seis pontos injetados em triplicata foram utilizados na construção das curvas analíticas. A curva analítica para cada analito apresentou coeficiente de correlação (R^2) superior a 0,99.

Através das curvas analíticas foi possível quantificar as amostras reais de águas dos bebedouros localizados no Bloco I, Campus II da FURB. As concentrações obtidas estão apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1 – Concentrações de trihalometanos em águas de bebedouro

Amostra	Analito (ppb)				Total
	CHCl ₃	CHCl ₂ Br	CHClBr ₂	CHBr ₃	
Térreo	27,66	8,73	2,15	n.d.	38,54
1º Andar	16,93	4,23	1,36	n.d.	22,52
2º Andar	28,13	8,26	7,50	n.d.	43,89
3º Andar	29,24	7,63	2,25	n.d.	39,12
4º Andar	23,50	7,03	1,63	n.d.	32,16
5º Andar	7,30	1,61	0,94	n.d.	9,85

Os valores máximos permitidos de trihalometanos em água potável são de 0,1 mg L⁻¹ (100 ppb) e estão descritos na Portaria do Ministério da Saúde, N° 2914, de 12 de dezembro de 2011. Observa-se que todas as amostras ficaram dentro do valor estabelecido por esta Portaria.

Para validação de um método analítico, geralmente são avaliados os seguintes parâmetros: precisão, exatidão, linearidade, seletividade, limite de detecção e limite de quantificação. Neste trabalho foi avaliada a linearidade, os demais parâmetros ainda estão sendo estudados.

Conclusão

Neste trabalho se deu início ao desenvolvimento de uma metodologia analítica de baixo custo para quantificação de trihalometanos em água potável. Esta metodologia foi aplicada em amostras reais e a linearidade avaliada até o momento. Ainda serão avaliados outros parâmetros (exatidão, precisão, seletividade, limites de quantificação e detecção) para validação deste método.

Referências

EHD, ENVIRONMENTAL HEALTH DIRECTORATE - Water Unit. Trihalomethanes (THMs) in drinking water. Government of Western Australia, Department of Health, 2009.

GONG, H.; WANG, H.; YOU, Z.; ZOU, H.; SHEN, X. Molecular structure of a new chlorinated disinfection by-product in drinking water. *Journal of Molecular Structure*, v. 748, n. 1, p. 71-76, 2005.

KUROSHIMA, K.N.; BARREIROS, M.A.B.; LACAVA, L.A.; COSTÓDIO, P.F.S. The Influence of Dioxide Chloride on Water Quality of Balneário Camboriú Beach, Brazil. *Environmental Monitoring and Assessment*, v. 129, n. 1-3, p. 179-18, 2007.

Lanças, F. M. 2004. *Validação de métodos cromatográficos de análise*. São Carlos: RiMa, 62p.

RODRIGUES, P.M.S.M; SILVA, J.C.G.E.; ANTUNES, M.C.G. Factorial analysis of the trihalomethanes formation in water disinfection using chlorine. *Analytica Chimica Acta*, v. 595, n. 1-2, p. 266-274, 2007.

TIMOR-LESTE. Plano Estratégico de desenvolvimento 2011-2030. República Democrática de Timor-Leste, 2011.