

# Caracterização de triclorofenóis em águas via cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas (GC/MS) utilizando-se impacto de elétrons

Carlos Eduardo Fernandes e José Oscar Vega Bustillos  
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN

## INTRODUÇÃO

O composto 2, 4, 6-triclorofenol é o nome comum do 2, 4, 6-tricloro-2-hidroxibenzeno,  $C_6H_3Cl_3O$ . Os fenóis são poluentes tóxicos ao meio ambiente, devido a seu odor e sabor desagradáveis, quer ao meio aquoso onde foram descarregados, quer às formas de vida que aquele nele existem, quer à toxicidade destes compostos para algumas formas de vida [2]. Podem ser usados como herbicidas, desfoliantes, fungicidas, inseticidas e biocidas. Para os seres humanos, o triclorofenol, se inalado, pode causar problemas respiratórios (tosse, bronquite crônica, função pulmonar altera), além de ser considerado um possível composto carcinogênico. O composto triclorofenol pode ser detectado e quantificado quimicamente utilizando-se a técnica de cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas (GC/MS).

## OBJETIVO

O presente trabalho teve como objetivos o desenvolvimento de uma metodologia para análise do composto triclorofenol, com intuito de se detectar e quantificar resíduos provenientes da indústria, estabelecer as melhores condições de extração e concentração dos resíduos presentes nas amostras de água. A detecção e quantificação dos compostos extraídos foram realizadas através do analisador GC/MS-IT no modo de ionização por impacto de elétrons (IE).

## METODOLOGIA

A metodologia utilizada foi dividida em três etapas: a) Extração/Pré-concentração: a extração do 2, 4, 6-triclorofenol em água foi realizada utilizando-se 10 mL de diclorometano em 10 mL da amostra, coletando-se então a fase orgânica. b) Determinação via GC/MS: a determinação do triclorofenol foi feita através da cromatografia

gasosa acoplada à espectrometria de massas com ionização por impacto de elétrons. c) Quantificação por curva de calibração: para analisar os resultados das amostras e estabelecer um parâmetro para quantificar o triclorofenol, foi construída uma curva de calibração com diferentes concentrações de 1, 10, 20, 40, 50, 80 e 100 mg.L<sup>-1</sup> de triclorofenol. O analisador utilizado foi o GC/MS marca Shimadzu, modelo QP-5050. Utilizou-se como gás de arraste o gás Hélio. O cromatógrafo está equipado com uma coluna DB-5 de 30 metros de comprimento com fase estacionária constituída de dimetilsiloxana (5% fenila). A programação da coluna na qual obtivemos os melhores resultados em termos de ganho de intensidade, relativa ao fundo de escala, foi a seguinte: 1) Temperatura inicial de 50 °C ; 2) Rampeamento até 240 °C numa razão de 20 °C/min; 3) 240 °C mantidos por 5 min. As temperaturas do injetor, linha de transferência e detector foram todas de 250 °C. O solvente utilizado foi o diclorometano. O espectrômetro é do tipo quadrupolar e possui recursos que possibilitam a realização de experimentos de impacto de elétrons e seleção de íons característicos. A técnica de ionização utilizada foi por impacto de elétrons na qual os elétrons liberados pelo filamento de rênio, por efeito termoiônico, adquiriram energias da ordem de 70 eV. O modo de operação do espectrômetro de massas foi o "scan", isto é, modo de varredura de espectro. O padrão utilizado para as análises quantitativas foi Sigma-Aldrich Co. Ltd (Alemanha). Através desse padrão produzimos amostras de 1, 10, 20, 40, 50, 80 e 100 mg.L<sup>-1</sup>. Por meio destes padrões fizemos a curva de calibração. A separação do triclorofenol em água foi realizada por meio da técnica líquido-líquido utilizando-se como solvente o diclorometano.

## RESULTADOS

O espectro de massas do 2, 4, 6-triclorofenol (figura 1 apresenta nitidamente e com maior

intensidade o íon-molécula 196 m/z. As linhas espectrais laterais adjacentes a referida íon-molécula são devido aos múltiplos isótopos do cloro, em maior abundância o  $^{35}\text{Cl}$  – 74,5% e o  $^{37}\text{Cl}$  – 24,6%. As linhas espectrais menores que 196 referem-se a fragmentação do íon-molécula 196 m/z. O espectro foi comparado ao espectro da biblioteca NIST (USA) e obtivemos a similaridade de 96%. Por meio desta metodologia foi construída uma curva de calibração com os seguintes padrões: 1, 10, 20, 40, 50, 80 e 100 mg.L<sup>-1</sup>, obtendo-se um coeficiente de correlação de Pearson de 0,99125. Na figura 2 apresentamos a curva de calibração.

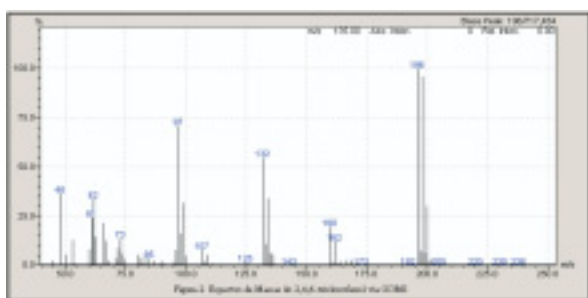


Figura 1. Espectro de massas do 2, 4, 6-triclorofenol

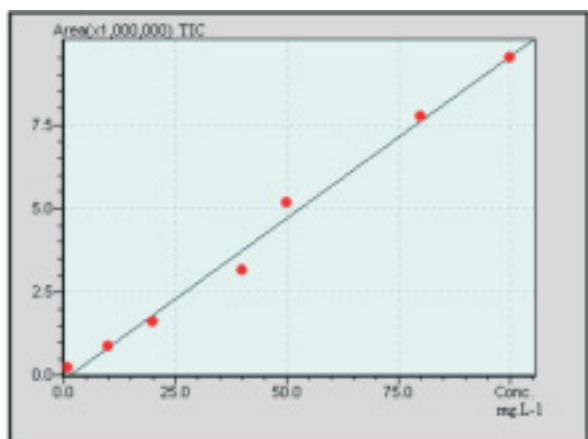


Figura 2: Curva de calibração do 2, 4, 6-triclorofenol

## CONCLUSÕES

Com base no estudo teórico e experimental e nos resultados obtidos neste trabalho, podemos concluir que a técnica de ionização por impacto de elétrons é viável na análise do 2, 4, 6-triclorofenol via GC/MS. O método desenvolvido neste trabalho demonstra a viabilidade analítica do triclorofenol em níveis entre 1 a 100 mg.L<sup>-1</sup>. Foi realizado um procedimento de recuperação de uma amostra de 50 mg.L<sup>-1</sup> de triclorofenol em água produzida sinteticamente. A recuperação detectou acima de 85% o nível de triclorofenol. Os 15% restantes foram

dissipados na extração líquido-líquido e durante análises instrumentais.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] HAWLEY, G. G. *Hawley's Condensed Chemical Dictionary*, 10th edition, p. 117, 1981.
- [2] *Manual of chemical methods for pesticides and derives*, U.S. Environmental Protection Agency: Association of Official Analytical Chemists, 1976.
- [3] Portaria nº. 357, de 17 de março de 2005, [www.anvisa.gov.br](http://www.anvisa.gov.br).
- [4] BUSTILLOS, O.V.; SASSINE, A.; MARCH, R. , *A espectrometria de massas quadrupolar*. Editora Scortecci. São Paulo. SP. 2003
- [5] ONG, V.S., HITES, R.O. *Electron capture mass spectrometry of organic environmental contaminants*. *Mass Spectrometry Reviews*, v. 13, p. 259-283, 1995.

## APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

CNPq/PIBIC