

PREPARAÇÃO DE CARTUCHOS RECHEADOS COM SORVENTE FENIL PARA EXTRAÇÃO EM FASE SÓLIDA

Bianca Wopereis (IC)* e Isabel Cristina Sales Fontes Jardim (PQ)

Laboratório de Pesquisas em Cromatografia Líquida - LabCrom

Instituto de Química – Universidade Estadual de Campinas, CP 6154, 13083-970, Campinas – SP, Brasil

*g059231@iqm.unicamp.br

Introdução

A determinação de poluentes orgânicos, como os HPA, presentes em água em baixas concentrações, por cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) frequentemente requer uma ou mais etapas pré-cromatográficas, visando a eliminação de impurezas e a concentração dos analitos de interesse para adequação ao sistema de detecção. O desenvolvimento de novas técnicas de extração em fase sólida (EFS) e o aprimoramento das já existentes contribui, desta maneira, para o desafio na obtenção de métodos de preparo de amostra rápidos, que utilizem menores quantidades de solventes orgânicos, que permitam maior detectabilidade e recuperações aceitáveis para analitos presentes em baixas concentrações em amostras contendo muitos interferentes.

Objetivos

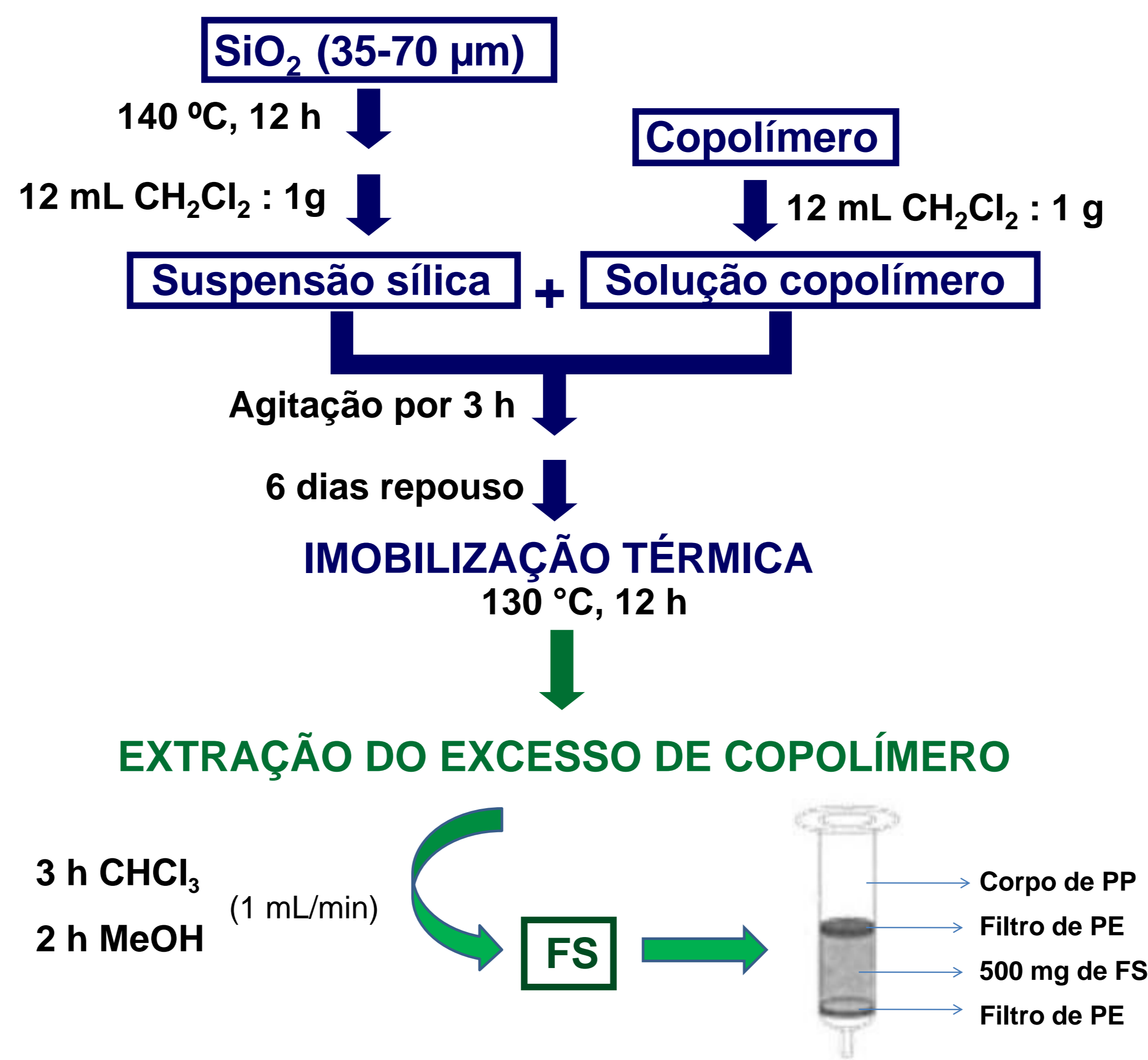
Buscou-se o desenvolvimento de um novo sorvente, tipo fenil, para confecção de cartuchos de EFS. A FS foi preparada pela imobilização térmica do copolímero (75-85 % etilmetilsiloxano) - (15-25 % 2-fenilpropilmetil siloxano) sobre suporte de sílica (35-70 μm , diâmetro de poro 60 Å).

Os testes foram realizados utilizando água Milli-Q fortificada com os HPA: naftaleno, fenantreno, antraceno, fluoranteno e pireno.

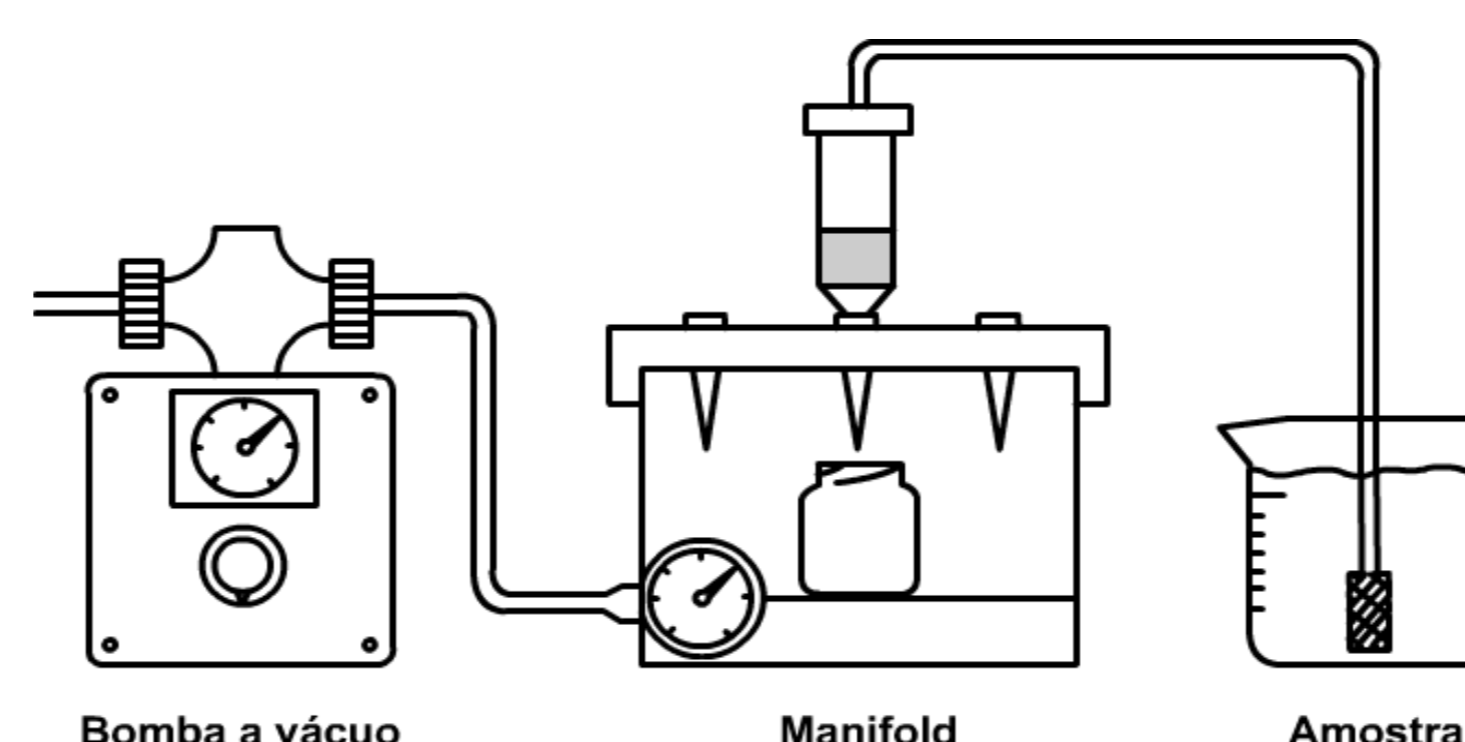
Conclusões

- No preparo da FS, a melhor carga de copolímero foi de 50%.
- Foram obtidos valores de recuperações de 80 – 95 % e CV de 4 a 6 %, para todos os HPA estudados, com exceção do naftaleno.

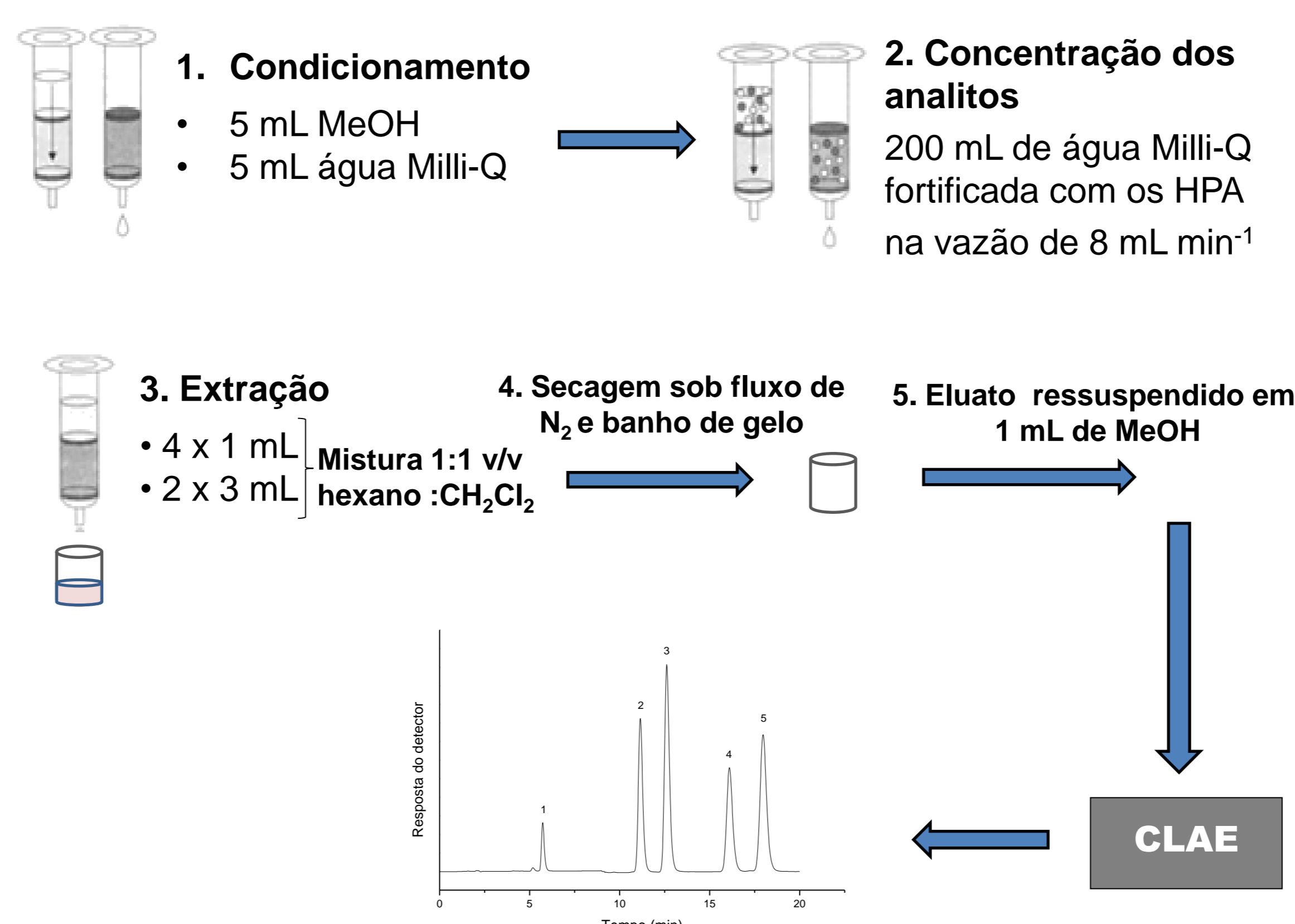
Metodologia



• SISTEMA DE EXTRAÇÃO



• PROCEDIMENTO DE EFS



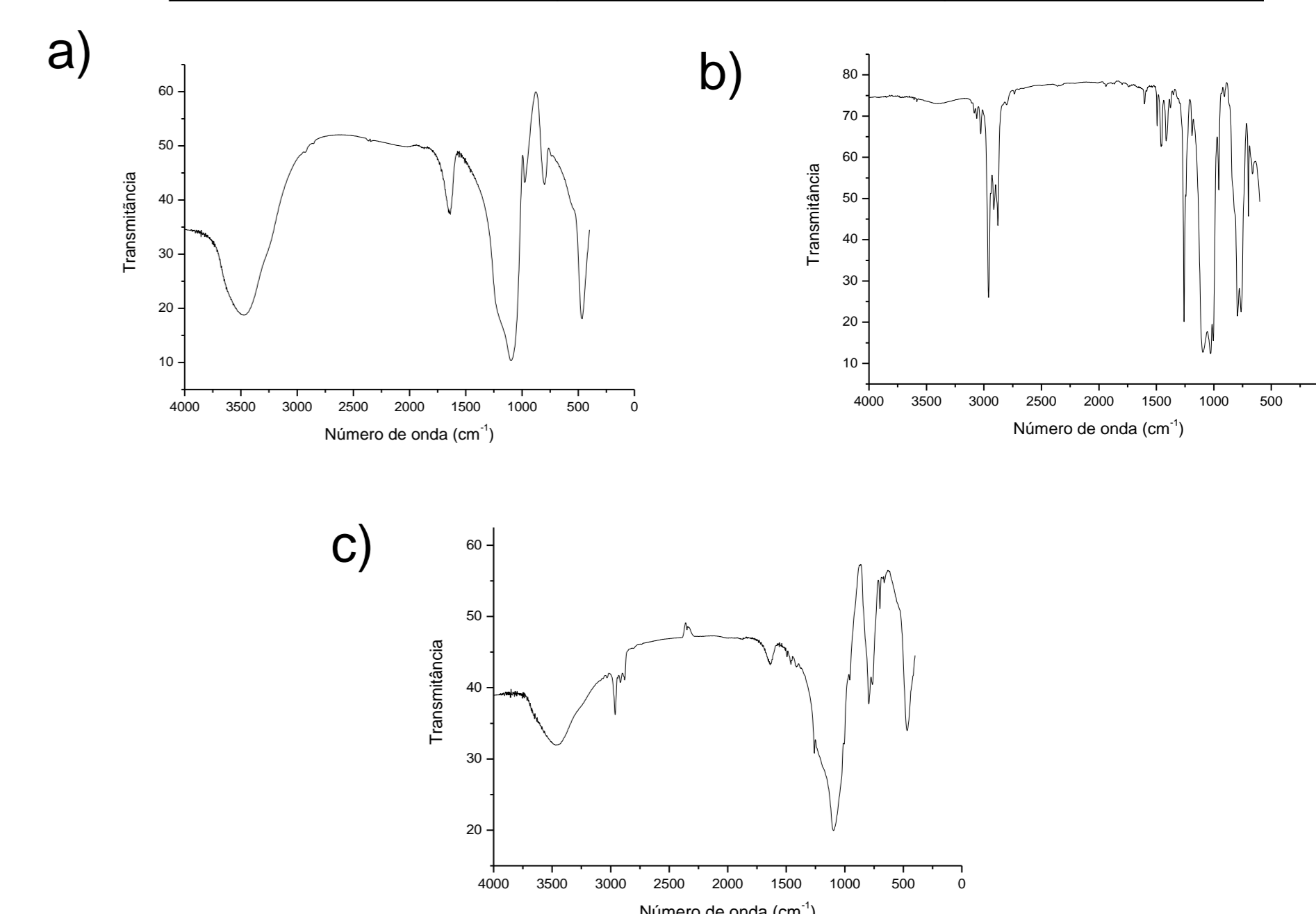
Cromatograma da separação dos HPA a $10 \mu\text{g mL}^{-1}$. Condições cromatográficas: coluna C18 (Discovery®, 5 μm); volume de injeção 10 μL ; FM MeOH:H₂O (75:25) (v/v); vazão 1,0 mL min⁻¹. Detecção: 275 nm (0 – 9 min); 240 nm (9 – 20 min). Identificação dos picos: 1- naftaleno; 2- fenantreno; 3- antraceno; 4- fluoranteno e 5- pireno.

Resultados

• CARACTERIZAÇÃO DA FS

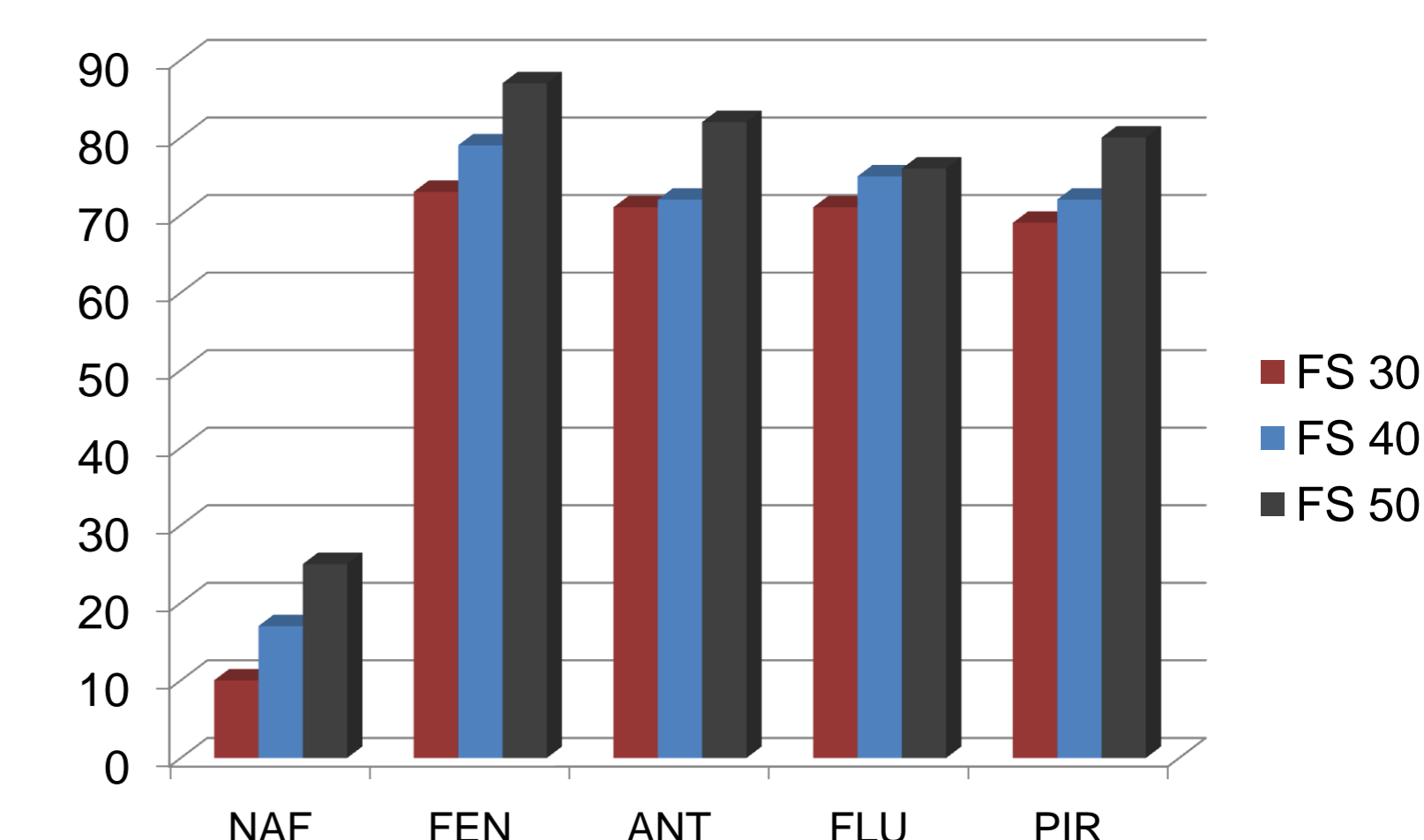
Porcentagens de carbono obtidas por análise elemental de CHN das fases sólidas preparadas no laboratório antes e após processo de extração do excesso de copolímero.

Amostra	Carbono (%)	
	antes da extração	após extração
Sílica pura	0,34	0,33
FS 30	13,45	10,28
FS 40	19,15	11,91
FS 50	23,36	12,92



Espectros de absorção no infravermelho: a) sílica pura (em pastilha de KBr); b) copolímero puro (em filme líquido) e c) fase sólida FS 50 após extração do excesso de copolímero (em pastilha de KBr).

• RECUPERAÇÕES



Média das recuperações obtidas para sorventes com diferentes cargas do polímero.

Recuperações obtidas com diferentes lotes da FS 50, média e estimativa do desvio padrão.

Composto	Recuperação (%)					Média das recuperações (%)
	Lote I	Lote II	Lote III	Lote IV	Lote V	
NAF	20	26	40	35	37	32 ± 8
FEN	92	97	98	95	92	95 ± 3
ANT	87	89	93	88	88	89 ± 2
FLU	79	78	85	80	79	80 ± 3
PIR	80	77	82	80	80	80 ± 2

- Diferentes lotes dos cartuchos confeccionados no laboratório resultaram em recuperações com alta precisão, refletindo alta reprodutibilidade dos mesmos.

- Os cartuchos preparados têm potencial para serem empregados na EFS dos HPA analisados.

Agradecimentos