

# Efeito do capeamento de fase sólida fluorada na eficiência de extração de contaminantes emergentes

Cristiane Vidal<sup>1\*</sup> (PG), Isabel C. S. F. Jardim<sup>1</sup> (PQ)

<sup>1</sup>Universidade Estadual de Campinas, Instituto de Química, Caixa Postal 6154, 13083-970 – Campinas, São Paulo, Brasil

\*cristiane.vidal@iqm.unicamp.br

Palavras Chave: extração em fase sólida (SPE), fase sólida fluorada, agrotóxicos, PFC

## Introdução

Um dos desafios no preparo de amostras para análise de traços é promover seletividade na extração de analitos, visando a obtenção de métodos com limites de detecção cada vez menores. Neste contexto, este trabalho tem como objetivo explorar as características de retenção e aplicabilidade de fases sólidas fluoradas, capeadas e não capeadas, em SPE, como potenciais fases seletivas para extração de alguns contaminantes emergentes que podem ocorrer no ambiente em níveis traço (ng/L). Como critério, avaliou-se a eficiência de extração de 12 agrotóxicos de diferentes classes químicas e um composto orgânico perfluorado (PFC).

## Resultados e Discussão

O preparo da fase sólida (FS) consistiu na sorção seguida de imobilização térmica (220 °C por 10 h) do polissiloxano fluorado [poli-(metil-3,3,3-trifluoropropil)siloxano] sobre sílica<sup>1</sup>. Em algumas FS sorvidas fez-se a reação de capeamento utilizando 5 g de FS, 35 mL de hexametildissilazano (HMDS) e 15 mL de trimetilclorossilano (TMCS), em refluxo por 48 h a 110°C, em 100 mL de tolueno como solvente da reação. Para comparar a eficiência de extração usando fase capeada (FC) e não capeada (FNC) foram realizadas extrações de amostras sintéticas (50 mL de água ultrapura, acidificada com 50 µL de HCOOH e fortificada com os analitos resultando concentração final de 1 µg/L). A quantificação foi feita por LC-MS/MS e os resultados de eficiência de extração são mostrados na Figura 1.

Observou-se que a FNC favoreceu a eficiência de extração dos compostos imidacloprido, bromacila e atrazina. Estas são moléculas pequenas, de alta polaridade e que contém vários nitrogênios em suas estruturas. Como o objetivo do capeamento foi diminuir os silanóis residuais da FS, substituindo as hidroxilas por trimetilsilano, levantou-se a hipótese de que a interação com a hidroxila, por ligações de hidrogênio, favoreça a retenção destes três compostos e, por isso, a eficiência de extração dos mesmos piorou com o capeamento. A FNC também resultou em maior eficiência de extração para o PFC (ácido perfluorooctanóico, PFOA). Este composto tem uma cadeia hidrofóbica composta por sua parte perfluorada  $-(CF_2)_7CF_3$  e uma parte hidrofílica

composta pelo grupo ácido. Espera-se que a retenção desse composto esteja mais relacionada com a interação flúor-flúor que com outras interações. Por outro lado, a eficiência de extração do composto difenoconazol foi melhor com a FC (70%). Desta maneira, o caráter mais apolar da FC favoreceu a interação deste composto. Para azoxistrobina, epoxiconazol, picoxistrobina, fipronil, tebuconazol, tanto a FC quanto a FNC resultaram em eficiências de extração similares e maiores que 70%, tendo uma ligeira melhora para a FC. Piraclostrobina, trifloxistrobina e profenofós não atingiram 70% de recuperação em ambas as fases, entretanto, a FC apresentou ligeira melhora.

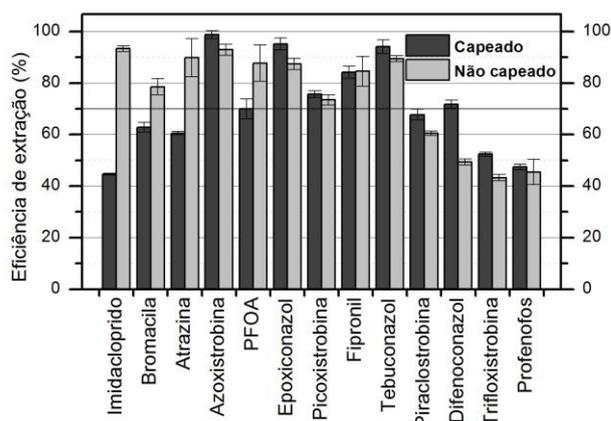


Figura 1. Eficiências de extração dos analitos obtidas com a fase capeada e não capeada.

## Conclusões

A fase fluorada apresentou diferentes respostas frente ao capeamento: diminuiu a eficiência de extração dos compostos mais polares, não afetou a extração de compostos de média polaridade e favoreceu a extração de compostos mais apolares, atribuído ao aumento do caráter apolar da FS. Estas características podem ser exploradas na aplicação da fase em amostras reais, em função da polaridade dos analitos que se deseja investigar em uma determinada matriz.

## Agradecimentos

INCTAA (CNPQ 573894/2008-6 e FAPESP 2008/57808-1) FAPESP 2006/57897-9

<sup>1</sup> Maldaner, L. e Jardim, I.C.S.F. *J. Sep. Sci.* **2010**, 33, 174