

Preparo de fase estacionária de polissiloxano imobilizado sobre sílica para HPLC e de sorvente para SPE, aplicados na análise de pesticidas

Camila R. M. Vigna (PG)*, Lais S. R. Moraes (PG), Carla B. G. Bottoli (PQ), Isabel C.S.F.Jardim (PQ), Carol H. Collins (PQ)¹

*camilavigna@yahoo.com.br

¹Laboratório de Pesquisas em Cromatografia Líquida (LabCrom) –Instituto de Química da UNICAMP–Campinas–SP
Palavras Chave: extração em fase sólida, pesticida, fase estacionária

Introdução

Os materiais de recheio empregados para extração em fase sólida (SPE) são similares aos de cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC). Na última década, nosso laboratório tem desenvolvido novas fases estacionárias (FE) para HPLC com bons resultados, baseadas na imobilização de polímeros sobre suportes de sílica ou sílica metalizada. FE imobilizadas também foram utilizadas como sorvente para SPE, com bons resultados na extração de pesticidas de urina, uvas e tomates. Nesse trabalho, um polissiloxano do tipo C8 imobilizado termicamente sobre a sílica foi utilizado na preparação de sorventes e de FE. Foi avaliado o desempenho desses materiais na concentração e separação cromatográfica de pesticidas em amostras de água.

Resultados e Discussão

Os materiais foram preparados adicionando-se as sílicas a uma solução de poli(metiloctilsiloxano) (PMOS) em diclorometano. No caso do sorvente, foi empregada a sílica Acros Organics, 37-70 μm , com carga de 35% (m/m) e no caso da FE, utilizou-se a sílica Kromasil, 6 μm , com carga de 44% (m/m). As suspensões resultantes foram agitadas (3 h), o solvente evaporado e, após 6 dias de auto-imobilização, submetidas a um tratamento térmico de 120 °C por 8 h, utilizando um forno controlador de temperatura acoplado a um fluxo de nitrogênio. Após o tratamento térmico, o material foi extraído em fluxo contínuo com hexano (temperatura: 50 °C; vazão: 1,0 mL/min; tempo: 3 h). Os cartuchos *labmade* de SPE do tipo PMOS foram confeccionados utilizando seringas de 3 mL, preenchida com 500 mg do sorvente e usados na concentração de pesticidas em água fortificada. As recuperações encontradas foram comparadas às obtidas com cartuchos comerciais do tipo C8, C18 e com grupos NH_2 . Para a FE, foram preparadas suspensões com o material extraído, em clorofórmio, agitadas por ~16 h para posteriormente serem usadas no enchimento das colunas.

As propriedades cromatográficas foram determinadas através da separação de diferentes misturas contendo

compostos ácidos, básicos e neutros, além da mistura de pesticidas. Para comparar os resultados obtidos com esta fase, a separação dos pesticidas também foi realizada com uma coluna comercial NovaPak C18 Waters, 4,6 x 150 mm. O novo método foi validado de acordo com a ICH e a ANVISA. Na Figura 1, podemos observar a separação cromatográfica dos pesticidas estudados.

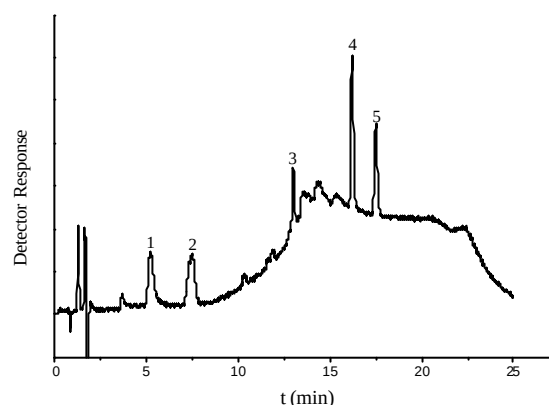


Figura 1. Cromatograma obtido para amostra de água (pH 2,5) fortificada com os pesticidas (1) imazetapir, (2)nicosulfurom, (3)diurom, (4) linurom, (5)clorimurom-etil. Condições cromatográficas: FE NovaPak C18 Waters, fase móvel acetoneitrila/água em pH 3,0, vazão 0,8 mL/min, detecção UV a 220 nm, volume de injeção de 10 μL , eluição por gradiente.

Conclusões

A FE para HPLC mostrou bom desempenho cromatográfico na separação dos pesticidas. O cartucho *labmade* do tipo PMOS apresentou bons valores de recuperação (71-111%), dentro do intervalo sugerido pela US-EPA, para todos os pesticidas estudados. Além disso, tem como vantagem o baixo custo e desempenho similar ou em alguns casos até melhor que os cartuchos comerciais testados.

Agradecimentos

FAPESP, CAPES, CNPq.