

# Fibras para Microextração em Fase Sólida (SPME) recobertas com sílicas sol-gel modificadas por grupos aminopropil

André Francisco Pivato Biajoli\* (PG) e Fabio Augusto (PQ)

Instituto de Química- Unicamp; 13084-971 Campinas, São Paulo

\*biajoli@iqm.unicamp.br, augusto@iqm.unicamp.br

Palavras Chave: SPME, sol-gel, APTMS, ormosil

## Introdução

A Microextração em Fase Sólida (SPME) é baseada na sorção de analitos sobre um filme fino de sorvente depositado sobre uma fibra de sílica fundida. Para se obter materiais de SPME não disponíveis comercialmente, utiliza-se amplamente o processo sol-gel [1]. Pela hidrólise e condensação de alcoxissilanos formam-se agregados de sílica; compostos orgânicos hidroxilados podem tomar parte da reação, incorporando-se aos agregados e formando um material híbrido orgânico-inorgânico (ormosil). Se fibras de sílica são expostas ao meio reacional, um filme de ormosil pode se ligar quimicamente ao substrato. O resultado são fibras para SPME com recobrimentos quimicamente ligados. Neste trabalho, propõe-se o uso de 3-aminopropiltrimetoxissilano (APTMS) como precursor para fibras sol-gel de SPME. Postula-se que estas fibras recobertas com ormosils baseados em APTMS tenham maior afinidade por compostos polares quando comparadas aos congêneres comerciais e às fibras descritas na literatura, que geralmente têm afinidade maior por compostos apolares.

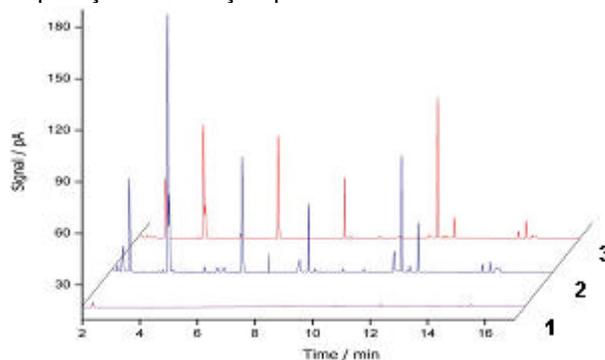
## Resultados e Discussão

1. **Preparo da fibra sol-gel APTMS.** A camada protetora de pedaços de 1 cm de fibras óticas de sílica foi removida por imersão em  $H_2SO_4$  (c) por 3 h. As fibras decapadas foram então imersas em soluções 1 mol L<sup>-1</sup> NaOH (1 h) e 0,1 mol L<sup>-1</sup> HCl (30 min) para ativação de suas superfícies. Para o recobrimento das fibras, preparou-se um sol de ormosil misturando-se 600 µL de APTMS, 300 mg de PDMS-OH (modificador orgânico) e 450 µL de ácido trifluoroacético 95% v/v (catalisador de hidrólise). As fibras foram expostas a este sol por 1h; o processo foi repetido cinco vezes. Hidroxilas residuais das fibras recobertas foram desativados por imersão em metoxitrimetilsilano (20% em MeOH). As fibras foram condicionadas sob fluxo de gás inerte por 1 h a 100°C e por 6 h a 200°C

2 **Caracterização e Aplicação Analítica.** Para a caracterização das fibras, obtiveram-se perfis de extração (Área dos Picos x Tempo de Extração) para 30ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

soluções aquosas de BTEX (400 µg L<sup>-1</sup>) e desorção e separação dos analitos por GC-FID. Os tempos de equilíbrio foram de, no máximo, 10 min – típicos para fibras sol-gel.

Comparou-se o desempenho da fibra preparada com uma fibra comercial de PDMS na extração de voláteis do headspace de cervejas, com separação e detecção por GC-MS:



**Figura 1.** Branco da fibra APTMS (1), extração de voláteis em 10 mL de cerveja degasada com a fibra APTMS (2) e com uma fibra comercial recoberta com 30 µm de PDMS (3).

## Conclusões

Os resultados obtidos mostram que a fibra sol-gel APTMS extrai maiores quantidades de compostos polares quando comparadas a uma fibra comercial de PDMS; além disso, compostos menos polares foram extraídos em igual quantidade por ambas as fibras. Isso sugere que, na fibra sol-gel APTMS, o grupo aminopropil atue como adsorvente, retendo compostos polares, ao passo que a matriz de PDMS extrai compostos apolares.

## Agradecimentos



<sup>1</sup> Chong, S. L.; Wang, D. X.; Haves, J. D., et al. *Analytical Chemistry* **1997**, 69, 3889