

Preparo e estudo do polibutadieno imobilizado sobre sílica como sorvente para extração em fase sólida.

Adriana Teixeira Godoy (IC)*, Carla Beatriz Grespan Bottoli (PQ)

Departamento de Química Analítica - Instituto de Química – UNICAMP

*adriana.godoy@gmail.com

Palavras Chave: *Extração em fase sólida, Cartucho com polibutadieno, agrotóxicos.*

Introdução

A extração em fase sólida (SPE) é uma técnica rápida, de fácil mecanização e consome menor quantidade de amostra e de solventes que a extração convencional líquido-líquido. O interesse pela técnica deve-se ao fato de que ela permite, além da extração e da concentração em soluções muito diluídas, a limpeza da amostra (*clean-up*).

Há na literatura vários exemplos de sorventes para diferentes aplicações, porém não há registro da utilização de SPE com polibutadieno. Este polímero possui seletividade comparável à obtida com silanos quimicamente ligados à sílica, além da possibilidade de ser utilizado com todos os tipos de solventes. Dessa maneira a aplicação deste novo material foi proposta como sorvente para extração em fase sólida na determinação de agrotóxicos em água.

Resultados e Discussão

O sorvente foi preparado a partir de uma solução de polibutadieno (PBD) e hexano. Essa solução ficou sob agitação magnética por 10 minutos, sendo a seguir adicionado a sílica previamente seco em estufa (24 h a 100 °C). A nova solução foi mantida por 10 minutos no ultrassom e por 3 horas sob agitação magnética. Após este período, foi adicionada uma solução de peróxido de dicumila – PDC em hexano numa proporção de 2,5 % (m/m) em relação ao PBD. Essa mistura foi levada ao ultrassom por mais 10 minutos e deixada sob agitação magnética por 1 hora. Depois deste período, o béquer foi levado à capela para que ocorresse a evaporação total do solvente. A etapa seguinte foi a imobilização térmica do polímero na sílica. O material foi transferido para um reservatório de aço inox o qual foi mantido dentro de um forno aquecido por 1 hora a 120 °C, seguido de 4 horas a 160 °C. Utilizando-se de uma bomba de alta pressão de um cromatógrafo a líquido, o excesso de polímero foi removido conectando-se o reservatório de extração à bomba e passando primeiramente clorofórmio e depois metanol. Finalmente, o material foi retirado do tubo e seco sob fluxo de gás nitrogênio.

O cartucho foi preparado usando uma seringa de 3 mL de polipropileno, na qual depositou-se 500 mg do

sorvente, sendo este retido por filtros de polietileno com porosidade de 20 µm

O novo sorvente foi avaliado com os agrotóxicos imidaclopride, carbaril e diurom. A capacidade de extração dos agrotóxicos nos cartuchos preparados foi avaliada através das taxas de recuperação dos agrotóxicos adicionados à água em uma concentração de 1 µg mL⁻¹ de cada agrotóxico. Os resultados foram comparados com cartuchos comerciais do tipo C18. A recuperação foi avaliada empregando o método de padronização externa e a técnica de Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (CLAE). As condições cromatográficas foram: coluna Waters Spherisorb® S10 C8 4,6 d.i. x 150 mm; fase móvel MeOH:H₂O 50:50(v/v); vazão 0,6 mL min⁻¹; volume de injeção 10 µL e detecção em 230 nm.

As recuperações obtidas com o sorvente preparado e o sorvente comercial podem ser visualizadas na Tabela 1.

Tabela 1. Recuperações dos agrotóxicos obtidas com o sorvente de polibutadieno e sílica e com o sorvente comercial.

	Recuperação dos agrotóxicos (%)		
	Imidaclopride	carbaril	diurom
Cartucho de polibutadieno e sílica	72	84	85
	69	84	85
Cartucho comercial de sílica ligada à grupos C18	59	81	82
	60	80	83

Como pode ser observado na tabela, o cartucho preparado com polibutadieno apresentou recuperações altas entre 69-94 % para as extrações dos agrotóxicos.

Conclusões

O novo sorvente mostrou-se eficiente para ser utilizado em cartuchos para SPE na análise dos agrotóxicos, mostrando características de fase estacionária reversa e apresentando grande potencial para ser explorado em outras aplicações.

Agradecimentos

Sociedade Brasileira de Química (SBQ)

À Fapesp pelo apoio financeiro e ao CNPq pela bolsa de iniciação científica.