

Desenvolvimento e Optimização de Novas Fases Poliméricas para Extracção Sorptiva em Barra de Agitação

N. Neng¹, M.L. Pinto¹, Paula Marcos², J. Pires^{1,3}, J.M.F. Nogueira^{1,2}

¹Departamento de Química e Bioquímica, ²Centro de Ciências Moleculares e Materiais e ³Centro de Química e Bioquímica, Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa, Campo Grande Ed. C8, 1749-016, Portugal; nogueira@fc.ul.pt

A extracção sorptiva em barra de agitação (SBSE), é uma nova técnica de preparação de amostras proposta no final dos anos noventa, para enriquecimento de compostos orgânicos de matrizes aquosas. Uma barra de agitação, constituída por um magnete envolto numa fina película de vidro revestido por um filme em polidimetilsiloxano (PDMS) é colocada na amostra sob agitação, por forma a promover o movimento de rotação na matriz líquida e simultaneamente a extracção dos analitos para a camada polimérica em condições experimentais optimizadas, nomeadamente, tempo de extracção, velocidade de agitação, temperatura, força iónica e pH, no sentido do(s) analito(s) com interesse atingirem o equilíbrio de distribuição entre a matriz da amostra e o revestimento polimérico. Do ponto de vista teórico, demonstra-se que na SBSE existe uma notável correlação entre os coeficientes de partição, relativos à distribuição dos analitos entre a fase de PDMS e a matriz aquosa ($K_{PDMS/W}$) e os coeficientes de distribuição octanol-água ($K_{O/W}$), o qual constitui uma medida da polaridade dos compostos orgânicos e fornece uma boa indicação da eficiência de extracção para cada soluto. Ainda que de uma forma grosseira, analitos apolares podem ser caracterizados por valores de $\log K_{O/W}$ superiores a 4 e para analitos polares, o $\log K_{O/W}$ é normalmente inferior a 2.

De acordo com a literatura, para analitos que apresentem valores de $\log K_{O/W}$ superiores a 3, são normalmente obtidas recuperações quantitativas por SBSE. No entanto, para compostos com $\log K_{O/W}$ inferior a 3, a recuperação por SBSE

apresenta por vezes valores de recuperação muito baixos, podendo ainda ser agravados pela ocorrência de situações de não equilíbrio, justificada pela menor afinidade dos compostos mais polares para a camada polimérica de PDMS.

Na presente contribuição, propõe-se a utilização de novas fases poliméricas para aplicação em estudos por SBSE, seguida de desorção líquida e análise quer por cromatografia líquida de alta eficiência quer por cromatografia gasosa capilar. O desenvolvimento e optimização dos materiais poliméricos envolveu essencialmente em cinco etapas fundamentais, incluindo a síntese e limpeza dos polímeros, bem como a inclusão de diversos materiais adsorventes.

Os estudos de extracção e retro-extracção incidiram sobre três analitos alvo previamente seleccionados (atrazina, 2,3,4,5-tetraclorofenol e fluoreno), tendo demonstrado que os novos polímeros apresentam maior capacidade de extracção relativamente ao PDMS convencional.

Referências

J.M.F. Nogueira, Novas Perspectivas na Preparação de Amostras para Análise Cromatográfica, *Química* 2003, 88, 65-71.

E. Baltussen, P. Sandra, F. David, C. Cramers, *J. Microcolumn Sep.* 1999, 11, 737-747.

P. Serôdio, J.M.F. Nogueira *Anal. Chim. Acta* 2004, 517, 21-32