

Avaliação de um novo polímero híbrido (MIP-RAM) como material extrator de ácido fólico em amostras de leite

Fernanda Midori de Oliveira (PG)¹, César Ricardo Teixeira Tarley (PQ)^{1,2*}

¹Universidade Estadual de Londrina (UEL), Departamento de Química. Rodovia Celso Garcia Cid, PR 445 Km 380, CEP 86050-482, Londrina – PR. *ctarleyquim@yahoo.com.br ²Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia (INCT) de Bioanalítica, Departamento de Química Analítica - Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Cidade Universitária Zeferino Vaz s/n, CEP 13083-970, Campinas-SP.

Palavras Chave: MIP-RAM, MISPE, Limpeza de amostra, adsorção.

Introdução

A extração em fase sólida (SPE) é uma técnica de extração abordada atualmente por apresentar inúmeras vantagens como: altos fatores de pré-concentração, fácil regeneração da fase sólida, fácil automação e não faz uso de solventes orgânicos tóxicos. Dentre os materiais utilizados na SPE tem-se destaque para os polímeros molecularmente impressos (MIP) e os materiais de acesso restrito (RAM). Os MIPs consistem em polímeros que possuem cavidades seletivas que são formadas pela interação do monômero com a molécula molde.¹ Apesar de serem seletivos este tipo de materiais não possuem eficiência na exclusão de macromoléculas. Os materiais RAM possuem superfície hidrofílica capaz de excluir macromoléculas com eficiência, entretanto possuem pouca seletividade.² Neste sentido, o presente trabalho visa sintetizar um MIP-RAM para ácido fólico (AF) a fim de utilizá-lo como adsorvente para determinação de ácido fólico em amostras de leite por HPLC-DAD. Com o sistema de extração em fase sólida usando o MIP-RAM obtém-se um cromatograma mais limpo e, por conseguinte aumento da vida útil da coluna cromatográfica.

Resultados e Discussão

O polímero foi sintetizado com base na literatura com algumas modificações.^{3,4} A influência do pH do meio na adsorção de AF foi avaliada em batelada e o pH 1,5 apresentou maior porcentagem de adsorção, devido a formação de ligações de hidrogênio entre o AF e o polímero. A seletividade do material foi avaliada em batelada utilizando soluções binárias de AF: concomitante (cafeína, ácido úrico, 4-aminobenzamida e paracetamol), neste estudo os coeficientes de seletividade relativos encontrados foram de 1,82, 1,33, 4,37 e 1,53, respectivamente. A eficiência de exclusão de macromoléculas do material foi avaliada pela percolação de uma solução de albumina sérica bovina (BSA) em MIP-RAM e MIP. O material com maior eficiência na exclusão da proteína foi o MIP-RAM (60,59±2,09) em comparação com o MIP (44,11±5,41%).

O MIP-RAM sintetizado foi utilizado para recheiar um cartucho (100 mg) e as etapas do procedimento de SPE foram otimizadas. A extração do AF das amostras de leite consistiu em percolar 10 mL de água ultra-pura pelo cartucho contendo o MIP-RAM. Posteriormente, 10 mL leite previamente tratado com hidróxido de potássio (responsável pela saponificação dos ácidos graxos) e com ácido tricloroacético (responsável pela precipitação de proteínas e ajuste de pH) foram percolados pelo cartucho e finalmente foi realizada a eluição do AF com 1 mL de uma solução de acetonitrila: tampão acetato 0,266 mol L⁻¹ pH 5,7. O método proposto apresentou fator de pré-concentração de 2,19 vezes, limite de detecção de 1,45 µg L⁻¹ e de quantificação de 4,83 µg L⁻¹. A aplicabilidade do método proposto foi avaliada a partir da determinação do AF presente em duas amostras de leite em pó. Os resultados obtidos pelo método proposto de extração foram concordantes com aqueles declarados pelo fabricante.

Conclusões

A partir dos resultados obtidos verificou-se que o material sintetizado é um material seletivo para AF e eficiente na exclusão de proteínas. Além disso, observou-se satisfatória limpeza dos cromatogramas, sem a necessidade de incluir a etapa de lavagem no processo de extração. O método de SPE proposto apresentou baixos limites de detecção e quantificação com fator de pré-concentração de 2,19 vezes, apresentando-se também eficiente na determinação do AF presente em amostras de leite em pó.

Agradecimentos

UEL, CNPq, CAPES, Fundação Araucária, INCT de Bioanalítica e ao Programa de Mestrado em Química da UEL.

¹Tarley, C.R.T.; Sotomayor, M.D.P.T.; Kubota, L.T.; *Quim. Nova*, **2005**, *28*, 1076.

²Souverain, S.; Rudaz, S.; Veuthey, J.-L.; *J. Chromatogr. B*, **2004**, *801*, 141.

³Yeh, J.-M.; Weng, C.-J.; Liao, W.-J.; Mau, Y.-W.; *Surf. Coat. Technol.*, **2006**, *201*, 1788.

⁴Jin, Y.; Jiang, M.; Shi, Y.; Lin, Y.; Peng, Y.; Dai, K.; Lu, B.; *Anal. Chim. Acta*, **2008**, *612*, 105.