

METODOLOGIA PARA DETERMINAÇÃO DE CAFEÍNA EM ÁGUAS NATURAIS POR MISPE-HPLC-UV.

Raquel Gomes da Costa Silva* (PG) e Fabio Augusto (PQ). rgcsilva@iqm.unicamp.br

Instituto de Química - Unicamp; 13084-862 Campinas, São Paulo.

Palavras Chave: *cafeína, impressão molecular, SPE.*

Introdução

O controle de poluição das águas naturais e dos esgotos domésticos e industriais são de extrema importância para os ecossistemas, consumo humano e práticas agrícolas. Para monitorar a contaminação por esgotos domésticos podem ser necessários marcadores apropriados tanto para detectar como para localizar as fontes de poluição na água, sendo que os mais utilizados são os baseados em bactérias como os coliformes fecais. Um potencial marcador químico para águas residuais é a cafeína, que dentre as metilxantinas existentes na natureza é a que mais prevalece na dieta humana.¹ Foi desenvolvida uma metodologia para determinação de cafeína em águas naturais usando HPLC-UV para separação, determinação e extração em fase sólida com um sorvente impresso molecularmente para cafeína, sintetizado por rota sol-gel, na etapa de extração e pré-concentração.

Resultados e Discussão

Para o preparo do material sorvente 300 mg de solução saturada de cafeína foi adicionada a uma mistura contendo 100 mg de aminopropiltrimetoxissilano, 500 mg de tetraetilortossilicato e 220 mg de NH_4OH . O material foi gelificado a 40°C , pulverizado e peneirado de modo que o tamanho das partículas variou de 75 a $100\ \mu\text{m}$. A cafeína foi removida através de extração por Soxhlet. Para o preparo dos cartuchos 100 mg do material foram colocados em seringas de polietileno ($80\ \text{mm} \times 0,5\ \text{mm}\ \Phi_i$) e condicionados com 5 mL de metanol e 5 mL de água.

Para otimização das condições de extração foi utilizada uma solução aquosa $100\ \mu\text{g}\ \text{L}^{-1}$ de cafeína para estimar os seguintes parâmetros: tipo e volume do solvente de dessorção, vazão de passagem da amostra e solvente de dessorção. Os solventes testados foram metanol, acetonitrila, 2-propanol e etanol.

Os melhores resultados foram obtidos com uso de metanol como solvente de dessorção sendo que 3 mL foram suficientes para dessorver o analito. As vazões testadas para passagem da amostra e solvente de dessorção foram 2, 4, 6, 8 e $10\ \text{mL}\ \text{min}^{-1}$, sendo que a escolhida foi $4\ \text{mL}\ \text{min}^{-1}$, pois proporcionou os melhores resultados. Foram avaliados três valores de

pH da amostra (3, 6 e 12), sendo que o pH 6 proporcionou as melhores respostas.

O cartucho contendo o material impresso foi aplicado a amostras de águas naturais. Foram avaliadas as recuperações de cafeína em cinco diferentes volumes de amostras de águas naturais (10, 20, 30, 50 e 100 mL) em 2 níveis de concentração (50 e $100\ \mu\text{g}\ \text{L}^{-1}$). Os resultados estão ilustrados na figura 1.

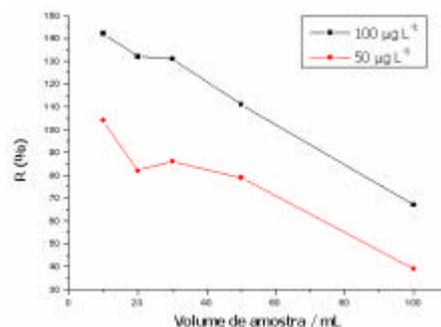


Figura 1: Recuperações de cafeína em águas naturais dopadas com 50 e $100\ \mu\text{g}\ \text{L}^{-1}$.

O limite de detecção (LD) estimado foi de $30\ \mu\text{g}\ \text{L}^{-1}$. As recuperações variaram de 39 a 104 % para amostras de água dopadas com $50\ \mu\text{g}\ \text{L}^{-1}$ (volumes de amostra de 100 e 10 mL, respectivamente) e 67 a 142 % para amostras dopadas com $100\ \mu\text{g}\ \text{L}^{-1}$ (volumes de amostra de 100 a 10 mL, respectivamente).

Conclusões

O material sorvente impresso preparado pelo PSG se mostrou adequado para extração seletiva de cafeína proveniente de águas naturais. Houve uma diminuição nas recuperações quando se utilizou volumes de amostra superiores a 50 mL. O material possui alta durabilidade sendo utilizado mais de 100 vezes sem alterações no desempenho.

Agradecimentos

CAPES, Fapesp, Carol Hollingworth Collins.

Sociedade Brasileira de Química (SBQ)

¹ Buergue, I.J., Poiser, T. Muller, MD.Buser,H. Environmental Science % Technology. 2003, 37, 691-700.