

Emprego de polímeros impressos molecularmente (MIP) na extração mecanizada de compostos fenólicos e detecção espectrofotométrica

Eduardo C. Figueiredo¹(PG), César R. T. Tarley²(PQ), Lauro T. Kubota¹(PQ), Marco A. Z. Arruda¹(PQ)*

*e-mail: zezzi@iqm.unicamp.br

¹Universidade Estadual de Campinas – Unicamp, Instituto de Química, Departamento de Química Analítica, Caixa Postal 6154, CEP 13083-970, Campinas – SP – Brasil

²Universidade Federal de Alfenas – Unifal – MG, Departamento de Ciências Exatas, Rua Gabriel Monterio da Silva, 714, CEP 37130-000, Alfenas – MG – Brasil

Palavras Chave: MIP, SPE, catecol, espectrofotometria

Introdução

A impressão molecular é uma técnica emergente capaz de produzir materiais com alta seletividade para moléculas específicas¹. Nessa técnica, o monômero forma um complexo com a molécula modelo e, após a polimerização, os grupos funcionais são fixados em posições específicas na estrutura polimérica². A utilização de polímeros impressos molecularmente (MIP) tem se destacado no campo da química analítica, principalmente em procedimentos de extração em fase sólida (SPE). Nesse contexto, este trabalho tem como objetivo a extração de catecol utilizando MIP como fase sólida, bem como sua detecção por meio de uma reação espectrofotométrica de amplo espectro.

Resultados e Discussão

A síntese do MIP foi feita de acordo com o trabalho de Tarley e Kubota³. O MIP obtido foi empacotado (75 mg) e usado como fase sólida no sistema apresentado na figura 1. Nesse sistema, o catecol, em meio ácido, provoca a redução do Mn^{7+} a Mn^{2+} , causando descolorimetria, a qual foi proporcional à concentração de catecol.

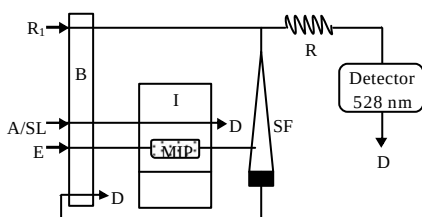


Figura 1. Sistema em fluxo de extração em fase sólida usando polímeros impressos molecularmente (MISPE). R_1 = $KMnO_4$ 0,005 % (m/v) a $1,0 \text{ ml min}^{-1}$, E = HNO_3 $1,0 \text{ mol L}^{-1}$ a $5,0 \text{ mL min}^{-1}$. A/SL= amostra ou solução de lavagem (clorofórmio) a $5,0 \text{ mL min}^{-1}$, R = reator (20 cm), SF = Separador de fases, B = bomba peristáltica, I = injetor comutador e D = descarte.

O método apresentou uma faixa analítica de $3,0$ a $60 \text{ } \mu\text{mol L}^{-1}$ com $r > 0,998$ para $n = 3$. O limite de quantificação foi de $3,0 \text{ } \mu\text{mol L}^{-1}$ e a precisão,

expressa em DPR ($30 \text{ } \mu\text{mol L}^{-1}$; $n = 10$), foi $< 5,0\%$. A figura 2 apresenta o perfil dos sinais obtidos.

Um estudo de seletividade foi feito para avaliar a possível ligação de moléculas com estrutura química similar ao catecol. Para tal, utilizou-se padrões de catecol ($30 \text{ } \mu\text{mol L}^{-1}$) adicionados de concentrações crescentes de concomitantes nas proporções de 1:1, 1:5, 1:8 e 1:10. Os resultados (figura 3) comprovaram a alta seletividade do MIP.

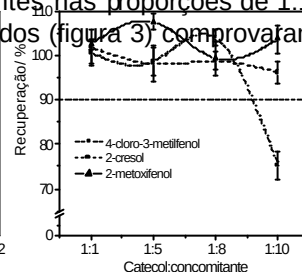
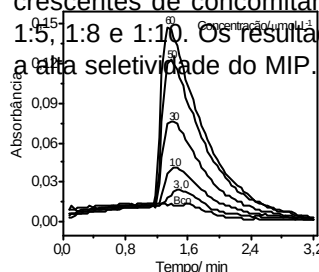


Figura 2. Sinais analíticos do branco e de padrões de catecol de $3,0$ a $60 \text{ } \mu\text{mol L}^{-1}$.

Figura 3. Estudo da seletividade do MIP.

O método foi aplicado na determinação de catecol em amostras de pó-de-guaraná, refrigerante de guaraná e efluentes, sendo os teores médios encontrados iguais a 39 mg g^{-1} , $33 \text{ } \mu\text{mol L}^{-1}$ e $22 \text{ } \mu\text{mol L}^{-1}$, respectivamente. Um teste de adição e recuperação foi feito para avaliar a exatidão apresentando recuperações limitadas ao intervalo de 91 a 116% .

Conclusões

O método proposto apresentou boas figuras de mérito, com destaque para a sensibilidade inerente a reação espectrofotométrica, e a alta seletividade atribuída ao MIP. Nesse contexto, reações espectrofotométricas de amplo espectro podem ser usadas com sucesso quando associadas a materiais altamente seletivos como aqueles provenientes de impressão molecular.

Agradecimentos



¹ Wulff, G. e Sarhan, A. *Angew. Hem.* **1972**, 84, 364.

² Haupt, K. *Analyst* **2001**, 126, 747.

³ Tarley, C. R. T. e Kubota, L. T. *Anal. Chim. Acta* **2005**, 548, 11.