

Avaliação de um Polímero de Impressão Molecular para a Fenitrotiona como Fase Estacionária em Extração em Fase Sólida por HPLC

Leonardo A. Barros¹ (PG)* e Susanne Rath¹ (PQ)

¹Laboratório de Bioanálítica Paracelsus, Instituto de Química, Unicamp, Campinas, SP, Brasil

Email: lbarros@iqm.unicamp.br.

Palavras Chave: Seletividade, MISPE, Fenitrotiona, HPLC.

Introdução

Os polímeros de impressão molecular (MIP) são materiais poliméricos rígidos que apresentam propriedades de reconhecimento molecular elevadas para uma molécula alvo, denominada molde. A extração em fase sólida molecularmente impressa (MISPE) apresenta a seletividade e sensibilidade adequadas de um mecanismo de reconhecimento molecular e o poder de resolução elevado dos métodos de separação. Um procedimento de MISPE funciona tal qual um procedimento de extração em fase sólida (SPE) convencional, consistindo basicamente em quatro etapas: condicionamento, carregamento, lavagem e eluição¹.

Este trabalho teve como objetivo avaliar a seletividade de um MIP como fase estacionária (FE) em procedimento de SPE para a determinação de fenitrotiona (FNT) em tomate por cromatografia líquida de alta eficiência, com detector de arranjo de diodos (HPLC-DAD).

Resultados e Discussão

Um polímero impresso não-covalentemente foi sintetizado usando 0,5 mmol de FNT, 2 mmol de ácido metacrílico, 8 mmol de etilenoglicol dimetacrilato, 1,2 mmol de 2,2'-azo-bis-iso-butironitrila e 3 mL de tolueno. Um polímero não-impresso (NIP) também foi sintetizado.

A seletividade do MISPE foi avaliada usando análogos estruturais da FNT. Para esta proposta, uma solução contendo 10 µg/mL de FNT, parationa (PT), metilparationa (MPT) e fentiona (FT) (Figura 1) foram percoladas em cartuchos MISPE previamente condicionados.

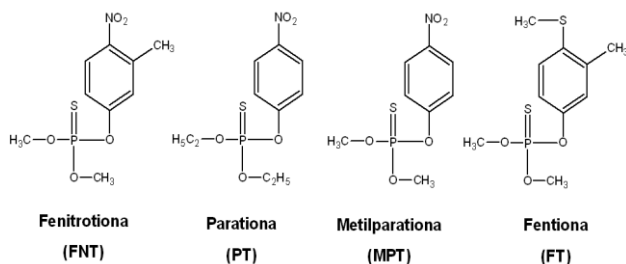


Figura 1. Estrutura das moléculas de fenitrotiona, parationa, metilparationa e fentiona.

O MISPE foi condicionado sucessivamente com H₂O/ácido acético (9:1 v/v), ACN e *n*-hexano. Após o carregamento da amostra contendo os analitos, foi realizada a lavagem dos cartuchos com tampão BR, pH 7,75/ACN (6:4, v/v). A eluição foi realizada com ACN/ácido acético (9:1, v/v). Os extratos obtidos foram concentrados à secura a 40 °C sob fluxo de N₂ e o resíduo foi redissolvido em fase móvel (FM). As determinações cromatográficas dos analitos foram realizadas em um equipamento Waters® (EUA) associada a um detector DAD, empregando como FE uma coluna XTerra® C18 (200x3,9 mm, 5 µm) e FM MeOH/H₂O (72:18, v/v). As recuperações nas etapas de lavagem e eluição estão apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1. Recuperação dos analitos nas etapas de lavagem e eluição do MISPE.

.Analito	Recuperação (%)			
	Lavagem		Eluição	
	MIP	NIP	MIP	NIP
Fenitrotiona	*	98	98	1
Parationa	98	96	*	3
Metilparationa	97	92	*	4
Fentiona	92	94	4	3

* concentração abaixo do limite de detecção do método

Considerando a etapa de eluição, verifica-se que a interação entre a FNT é significativamente maior com o MIP do que o NIP, evidenciando a interação da mesma com sítios específicos do material impresso. Embora os análogos da FNT tenham apresentado interação com o MIP e com o NIP, a etapa de lavagem removeu grande parte desses análogos, o que confere seletividade do material à molécula da FNT.

Conclusões

A utilização do MIP como fase estacionária em SPE apresentou seletividade esperada, onde o método MISPE-HPLC apresenta potencialidade para a determinação seletiva de resíduos de FNT em tomate.

Agradecimentos

CNPq, FAPESP e CAPES.

¹Barros, L.A.; Martins, I.; Rath, S. Anal Bioanal Chem 2010, 397, 1355.