

Extração em fase sólida com aplicação de campos elétricos.

*Ricardo M. Orlando¹ (PG), Susanne Rath¹ (PQ), Jarbas J. R. Rohwedder¹ (PQ).
*ricardo.orlando@iqm.unicamp.br

¹Instituto de Química - Unicamp.

Palavras Chave: eletro-extração em fase sólida aplicação de campos elétricos, eletrocromatografia.

Introdução

O preparo de amostra representa uma etapa determinante e crítica na análise química e a extração em fase sólida (SPE) é uma técnica amplamente empregada para o preparo de matrizes complexas. A SPE convencional é baseada nos mecanismos cromatográficos e sua capacidade de limpeza e concentração dos analitos depende, basicamente, da seletividade e da afinidade dos materiais sortivos empregados pelos compostos de interesse. Visando contornar as limitações e aumentar a eficiência do procedimento original foi desenvolvido um sistema capaz de aplicar campos elétricos ao cartucho da SPE e a técnica foi denominada de eletro-extração em fase sólida (E-SPE[®]). Neste trabalho são apresentados os eletrodos desenvolvidos, assim como sua aplicação para a extração do antimicrobiano sulfaquinoxalina (SQX) em amostras de leite.

Resultados e Discussão

Diferentes tipos e formatos de eletrodos confeccionados em aço inoxidável foram avaliados (Figura 1). Um dos eletrodos foi posicionado acima do filtro (frit) superior e o segundo abaixo do filtro inferior do cartucho e, assim, foram denominados eletrodos superior e inferior, respectivamente.



Figura 1. Eletrodos superiores ("s") e inferiores ("i").

O desempenho de alguns conjuntos de eletrodos durante a aplicação do campo elétrico é apresentado na Figura 2. O par de eletrodos i6-s9 apresentou os maiores valores de corrente elétrica, assim como as menores flutuações desses valores durante o procedimento de extração/eluição (Figura 2) e, portanto, foram empregados nos estudos subsequentes.

35ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

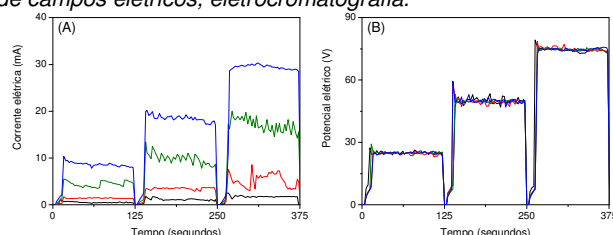


Figura 2. Corrente elétrica (A) e potencial elétrico (B) registrados durante a aplicação do campo elétrico com os eletrodos inferiores — i6, — i9, — i10 e — i11 combinado com o eletrodo superior s9.

A E-SPE[®] foi avaliada na determinação de SQX em leite, usando cartuchos com 500 mg de sílica C18. As extrações foram realizadas em amostra de 5 mL de leite integral. A primeira etapa consistiu na precipitação protéica para a obtenção do sobrenadante que foi fortificado com SQX (0,25 µg mL⁻¹). A determinação de SQX foi realizada por HPLC-DAD e as recuperações calculadas (Tabela 1) para o processo SPE e E-SPE[®] (usando duas polaridades diferentes).

Tabela 1. Recuperação do antimicrobiano SQX extraído de amostras de leite fortificado.

	SPE	E-SPE [®] (-/+)	E-SPE [®] (+/-)
Recuperação média % (n = 2)	38,3 (± 5,4)	76,6 (± 0,2)	47,7 (± 5,8)

SPE = extração sem aplicação de campo elétrico; E-SPE[®] (-/+) = extração com aplicação de campo elétrico e eletrodo superior negativo; E-SPE[®] (+/-) = extração com aplicação de campo elétrico e eletrodo superior positivo.

O campo elétrico obtido ao empregar o par de eletrodos i6-s9 no modo de E-SPE[®] (-/+) foi capaz de duplicar a recuperação do antimicrobiano SQX.

Conclusões

O uso dos eletrodos posicionados acima e abaixo dos filtros do cartucho de SPE e adequados para gerar correntes elétricas estáveis é capaz de produzir campos elétricos adequados para que os processos eletroforéticos possam atuar favoravelmente na recuperação de analitos de interesse durante o processo de extração.

Agradecimentos

FAPESP, CNPq