

Estudo da viabilidade do polímero poli(ácido metacrílico)/sílica na extração de colesterol em amostras de leite

Débora Nobile Clausen (PG)¹, Igor Matheus Ruiz Pires (IC), César Ricardo Teixeira Tarley (PQ)^{*1,2}.

¹Departamento de Química, Universidade Estadual de Londrina, Londrina-PR. ²Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia (INCT) de Bioanalítica, Departamento de Química Analítica - Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Cidade Universitária, CEP 13083-970, Campinas-SP.

*e-mail: ctarleyquim@yahoo.com.br

Palavras Chave: Polímero híbrido molecularmente impresso, colesterol, HPLC.

Introdução

Há um consenso atualmente que para manter o colesterol baixo no sangue, a dieta deve ser pobre em gordura total, colesterol e ácidos graxos saturados. A determinação da quantidade de colesterol nos alimentos é muito importante para selecionar uma dieta com baixo consumo deste composto. O colesterol está presente principalmente em alimentos de origem animal tais como ovos, carnes, leite e seus derivados. No entanto, devido à complexidade da matriz de leite, faz-se necessário um pré-tratamento e posteriormente, a amostra é extraída pelo método de Extração em Fase Sólida (SPE). Os adsorventes comumente utilizados não são seletivos, portanto, o emprego da tecnologia de impressão química como materiais sorventes para Extração em Fase Sólida (MISPE) com detecção por HPLC em preparo de amostras de alimentos se mostra importante. Neste trabalho desenvolveu-se um polímero híbrido com impressão molecular de poli(ácido metacrílico)/sílica, o qual combina a enorme variabilidade funcional dos compostos orgânicos com a vantagem da estabilidade térmica e robustez dos substratos inorgânicos, além da boa resistência a solventes¹. Buscou-se explorar a viabilidade deste polímero como adsorvente para aplicar como fase extratora na extração do colesterol em amostras de leite.

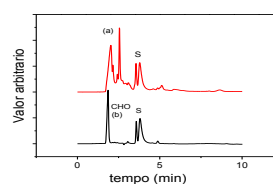
Resultados e Discussão

O polímero híbrido para colesterol (CHO) foi sintetizado utilizando ácido metacrílico como monômero funcional, tetraetoxisilano como precursor inorgânico e 3 - metacrilato propil trimetoxisilano como agente de acoplamento e clorofórmio como solvente porogênico. O polímero não impresso (NIP) foi sintetizado nas mesmas condições do MIP, exceto pela ausência do colesterol. O estudo de adsorção de colesterol foi realizado nos seguintes solventes: hexano, isopropanol, clorofórmio, metanol e etanol. A maior adsorção ocorreu em clorofórmio mostrando que o polímero híbrido apresentou características hidrofílicas. O estudo de seletividade foi realizado para verificar o efeito de impressão criado no MIP por meio de comparação com o NIP. O estudo mostrou que os coeficientes de seletividade relativos

37^o Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química.

para os sistemas CHO/7-dehidrocolesterol e CHO/5- α -colestano, respectivamente, foram de 6,08 e 5,08 mais seletivos às moléculas de colesterol que seus respectivos NIPs. Após verificar a impressão do polímero, foi realizado um estudo dos melhores solventes de lavagem e eluição do colesterol a fim de otimizar o protocolo do MISPE. Para a otimização foram colocados 200 mg de MIP em cartuchos de SPE e 5 mL de extrato de leite de vaca, previamente saponificado foi aplicado ao MISPE. O hexano foi utilizado para condicionar a coluna e os solventes utilizados no procedimento de lavagem foram hexano, tolueno, hexano: tolueno (1:9) e hexano: etanol (1:4). Os solventes utilizados no protocolo de eluição foram clorofórmio, etanol, acetonitrila: água (9:1), hexano: etanol (4:1), etanol: ácido acético: clorofórmio (1:1:3) e metanol. Todas as alíquotas foram evaporadas até a secura, recuperadas na fase móvel e detectadas por HPLC. Os experimentos foram realizados em duplicata. Os melhores solventes de lavagem e eluição foram hexano e etanol (Figura 1), respectivamente.

Figura 1. Cromatograma do leite após a saponificação (a) e amostra de leite após saponificação seguido do MISPE. (s) indica solvente. Condições cromatográficas: coluna C18, $\lambda = 208$ nm, T = 25°C, FM: MeOH/H₂O (9:1, v/v).



Conclusões

O polímero híbrido sintetizado neste trabalho mostrou que pode ser usado como adsorvente em SPE para amostra de leite, antes de ser analisada por HPLC, pois faz o clean-up da amostra eliminando a maioria dos interferentes da matriz, além de se obter melhor linha de base.

Agradecimentos

CNPq, CAPES, INCTBio, Fundação Araucária, UEL.

¹ Lv, Y. K.; Wang, L-M.; Yang, L.; Zhao, C-X.; Sun, H-W. *J. of Chromatogr. A*, **2012**, 1227, 48.