

Síntese e Caracterização de Materiais de Acesso Restrito Combinados com Impressão Molecular Visando a Determinação de Ácido Fólico em Leite

Fernanda Midori de Oliveira (PG)¹, César Ricardo Teixeira Tarley (PQ)^{1,2*}

¹Universidade Estadual de Londrina (UEL), Departamento de Química, Rodovia Celso Garcia Cid, PR 445 Km 380, CEP 86050-482, Londrina – PR. * ctarleyquim@yahoo.com.br ²Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia (INCT) de Bioanalítica, Departamento de Química Analítica - Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Cidade Universitária Zeferino Vaz s/n, CEP 13083-970, Campinas-SP.

Palavras Chave: Polímeros Molecularmente Impressos, Materiais de Acesso Restrito, Ácido Fólico.

Introdução

A extração em fase sólida (SPE) é uma técnica de preparo de amostra que consiste na utilização de uma fase sólida (um adsorvente) para extrair o analito de interesse de uma amostra, posteriormente realiza-se a lavagem do cartucho para remoção dos interferentes, em seguida é feita a dessorção do analito. Dentre os materiais utilizados na SPE tem-se destaque para os polímeros molecularmente impressos (MIP) e os materiais de acesso restrito (RAM). Os MIPs consistem em polímeros que possuem cavidades seletivas que são formadas pela interação do monômero com a molécula molde.¹ Apesar de serem seletivos este tipo de materiais não possuem eficiência na exclusão de macromoléculas. Já os RAM são materiais que possuem uma superfície hidrofílica que os tornam eficientes na exclusão de macromoléculas.² Entretanto, possuem a desvantagem de não serem seletivos. Assim sendo, o presente trabalho visa sintetizar, caracterizar e aplicar materiais de acesso restrito combinados com impressão molecular para extração de ácido fólico (AF) em leite.

Resultados e Discussão

Foram sintetizados dois polímeros, sendo que um deles é um polímero híbrido, o qual foi sintetizado pela polimerização da fração orgânica e inorgânica concomitantemente, e o outro um polímero do tipo core-shell, o qual foi sintetizado pela polimerização da fração orgânica e posteriormente da fração inorgânica. A síntese de ambos consistiu na utilização do monômero ácido metacrílico, o agente de ligação cruzada trimetilolpropano triacrilato, o agente de acoplamento viniltrimetoxissilano, o precursor inorgânico tetraetoxissilano, o iniciador radicalar 2,2'-azobisobutironitrila, o analito AF e como agente hidrofílico o 3-(glicidoxipropil) trietoxissilano. Os reagentes utilizados nas sínteses foram os mesmos, sendo alteradas apenas as etapas de síntese e o solvente. A caracterização dos materiais foi feita por FT-IR, análise termogravimétrica e fluorescência de raio-x. Através dos espectros de FT-IR (Figura 1A) de ambos os polímeros e de seus intermediários de síntese verificou-se que houve a polimerização tanto da fração inorgânica, devido à presença de bandas de γ Si-O-Si (1063 cm^{-1}), quanto da orgânica, com poucos grupos vinílicos residuais, devido à presença do γ C=C

em 1643 cm^{-1} . Na análise termogravimétrica do polímero core-shell verificou-se que a introdução da matriz de sílica sobre o polímero orgânico conferiu maior estabilidade térmica ao mesmo (Figura 1B). Por meio das análises de fluorescência de raio-x foi possível observar que o polímero core-shell e o híbrido possuem 5,13 e 0,27 % de SiO₂.

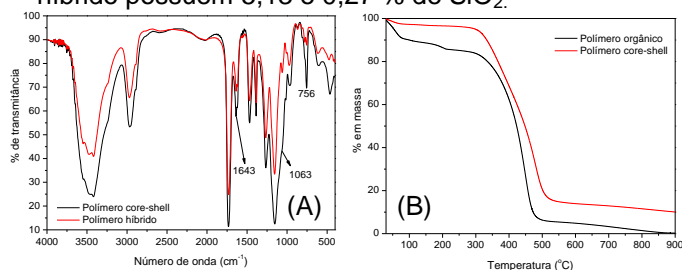


Figura 1- (A) Espectros de FT-IR (B) análise termogravimétrica do polímero core-shell.

O melhor pH de adsorção do AF foi 1,5, o qual foi otimizado de modo univariado em batelada rendendo uma capacidade máxima de adsorção 4,64 e 5,84 mg g⁻¹ para os polímeros híbrido e core-shell, respectivamente.

Conclusões

Por meio dos resultados obtidos verificou-se que existe uma grande diferença na composição química dos polímeros sintetizados, além de apresentarem satisfatória capacidade máxima de adsorção. Os resultados espectroscópicos de infravermelho confirmaram a polimerização tanto da fração orgânica quanto da inorgânica. Ensaio de SPE com os polímeros foram realizados em amostras de leite enriquecidas com AF. Mediante os resultados preliminares foi possível observar melhorias consideráveis na separação cromatográfica por HPLC, evidenciando as características promissoras dos polímeros para utilização em etapas de clean-up.

Agradecimentos

UEL, CNPq, CAPES, Fundação Araucária, INCTBIO e o Laboratório de Física Nuclear Aplicada da UEL pelas análises de Fluorescência de Raio-X.

¹ Tarley, C.R.T.; Sotomayor, M.D.P.T.; Kubota, L.T.; *Quim. Nova*, **2005**, 28, 1076.

² Souverain, S.; Rudaz, S.; Veuthey, J.-L.; *J. Chromatogr. B*, **2004**, 801, 141.