

Polimetiloctilsiloxano immobilizado sobre sílica para uso em extração de antioxidantes em plantas medicinais



Bruna Regina de Toledo Sampaio (IC) * Carla Beatriz Grespan Bottoli (PQ)

Instituto de Química – Universidade Estadual de Campinas (Unicamp)

CP 6154 - 13084-971 Campinas, São Paulo – BRASIL - *g085773@iqm.unicamp.br

Palavras - Chave: antioxidantes, Extração em Fase Sólida, HPLC



INTRODUÇÃO

Nos últimos anos, uma quantidade substancial de evidências tem indicado o papel chave dos radicais livres e outros oxidantes como grandes responsáveis pelo envelhecimento e pelas doenças degenerativas associadas ao envelhecimento. Os antioxidantes são um conjunto heterogêneo de substâncias que bloqueiam o efeito danoso dos radicais livres.

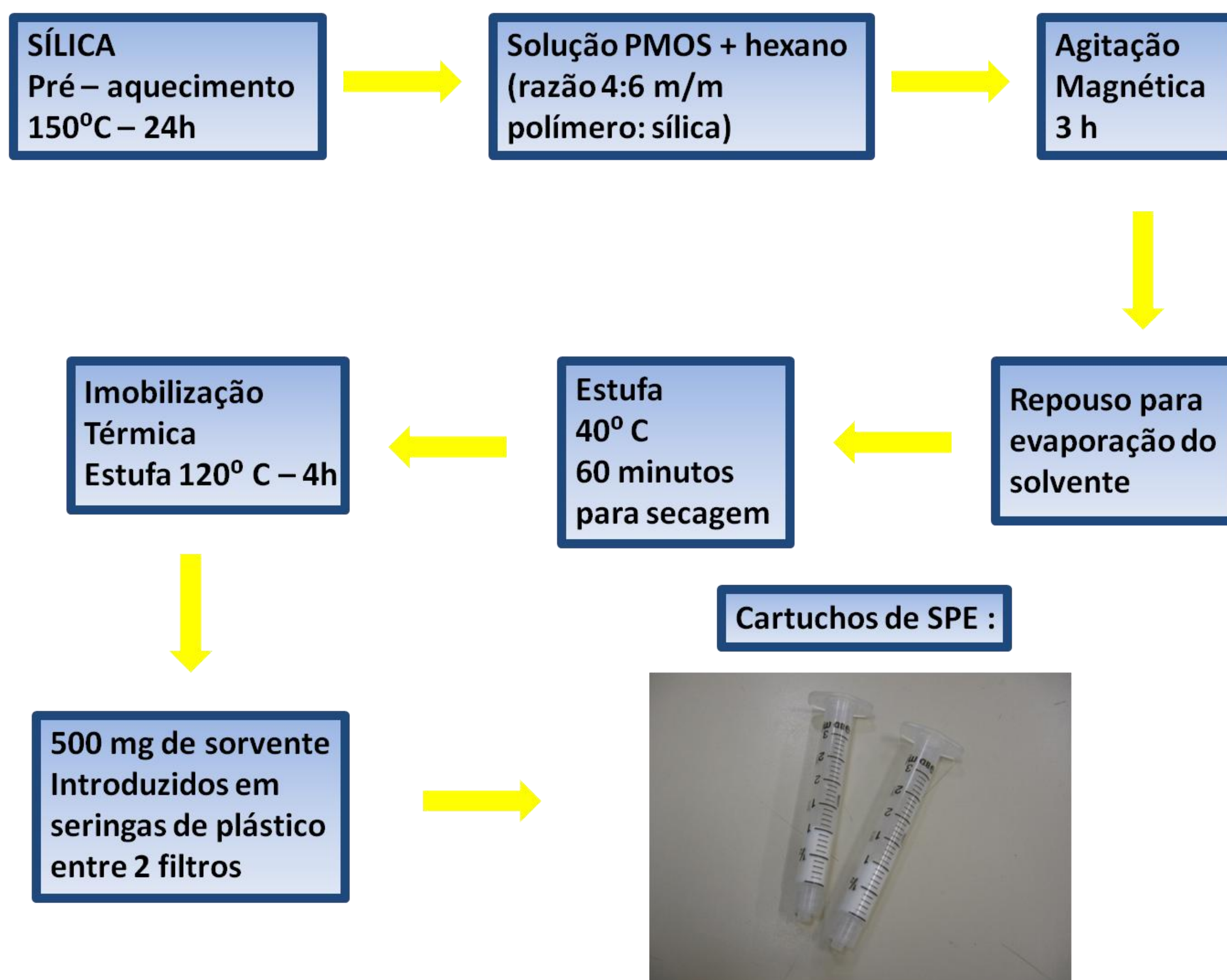
A determinação de antioxidantes polifenólicos em extratos de plantas tem sido realizada principalmente por métodos de separação como a Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (CLAE) e Eletroforese Capilar (EC).

O sucesso de muitas análises químicas qualitativas e quantitativas depende, frequentemente, do procedimento de preparação da amostra. As técnicas mais comumente utilizadas para a preparação de amostras são baseadas na extração e/ou concentração do analito desejado. Uma técnica que se tem popularizado é a Extração em Fase Sólida (SPE). O interesse pela técnica deve-se ao fato de que ela permite, além da extração e concentração em soluções muito diluídas, a limpeza da amostra (clean-up). A SPE é uma técnica rápida, de fácil mecanização e consome menor quantidade de amostra e de solventes, em comparação com muitas técnicas tradicionais de extração.

Esse trabalho visa a aplicação de um sorvente para a extração em fase sólida na extração e determinação de antioxidantes em chá de carqueja. O sorvente consiste no polímero polimetiloctilsiloxano sorvido nos poros da sílica e posteriormente immobilizado através do tratamento térmico.

METODOLOGIA

→ Confeção dos cartuchos de Extração em Fase Sólida:



RESULTADOS E DISCUSSÃO

→ Otimização da separação cromatográfica dos antioxidantes por CLAE. Figuras 1,2 e 3: ácido rosmarínico, ácido cafeíco, ácido ferúlico, resveratrol e fisetina. Figuras 4,5 e 6: ácido rosmarínico, ácido cafeíco, ácido ferúlico, ácido gálico e resveratrol.

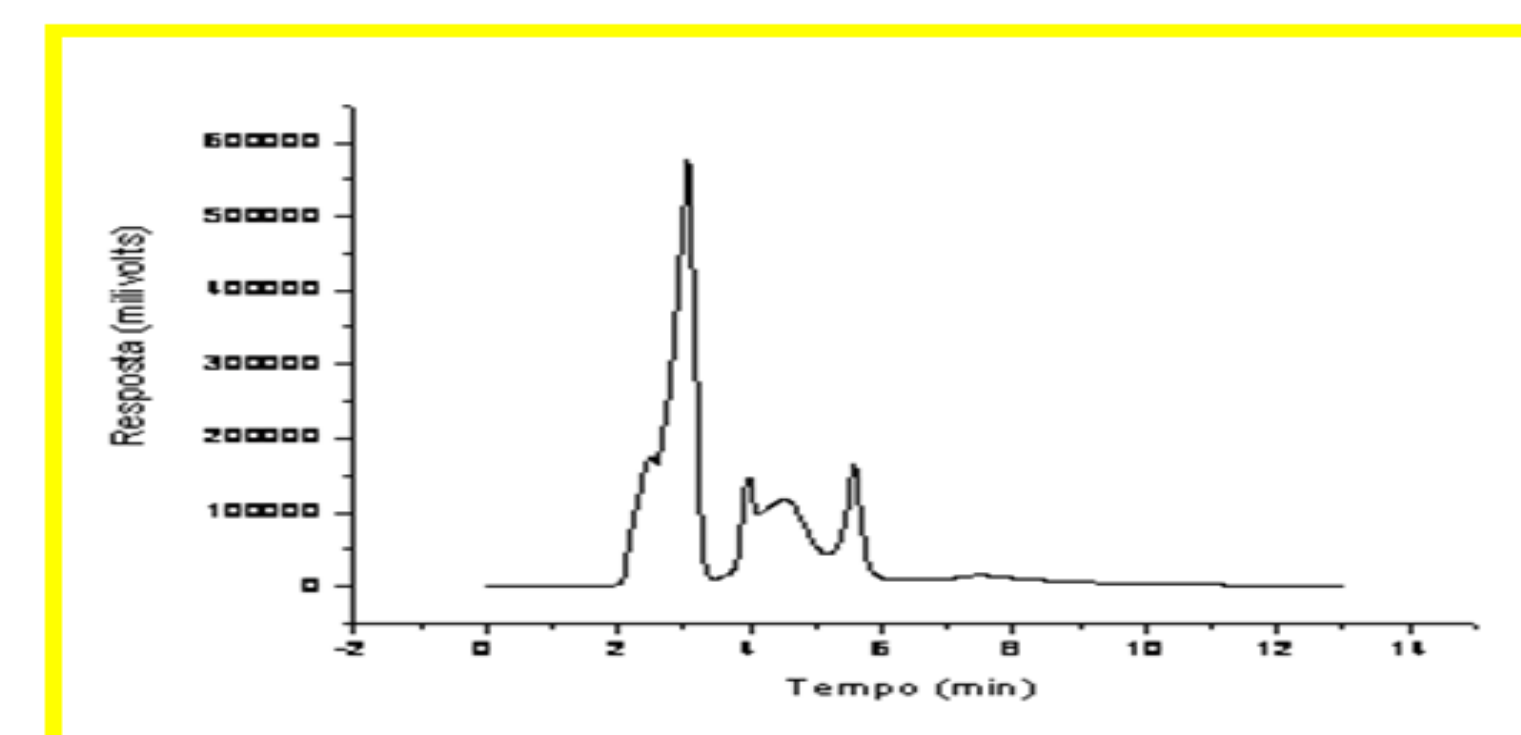


Figura 1 : Cromatograma da mistura dos antioxidantes (30 mg·L⁻¹). Condições cromatográficas: fase móvel metanol: água na proporção 50:50 (v/v), vazão 0,9 ml·min⁻¹ . Detecção: UV – vis, 314 nm.

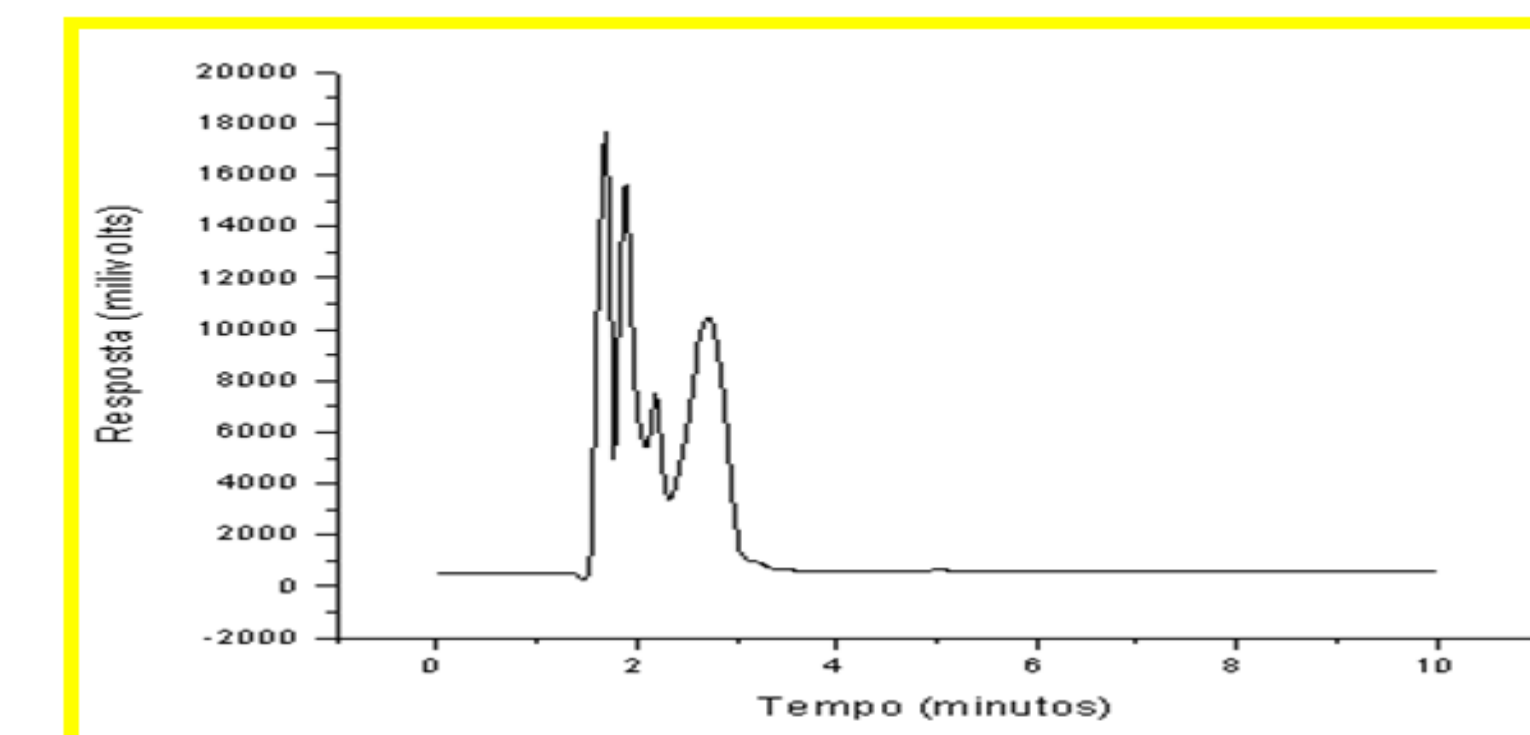


Figura 4 : Cromatograma da mistura dos antioxidantes (30 mg·L⁻¹). Condições cromatográficas: fase móvel metanol: água na proporção 55:45 (v/v) acidificada com ácido fosfórico em pH 3, vazão 1,0 ml·min⁻¹ . Detecção: UV – vis, 280 nm.

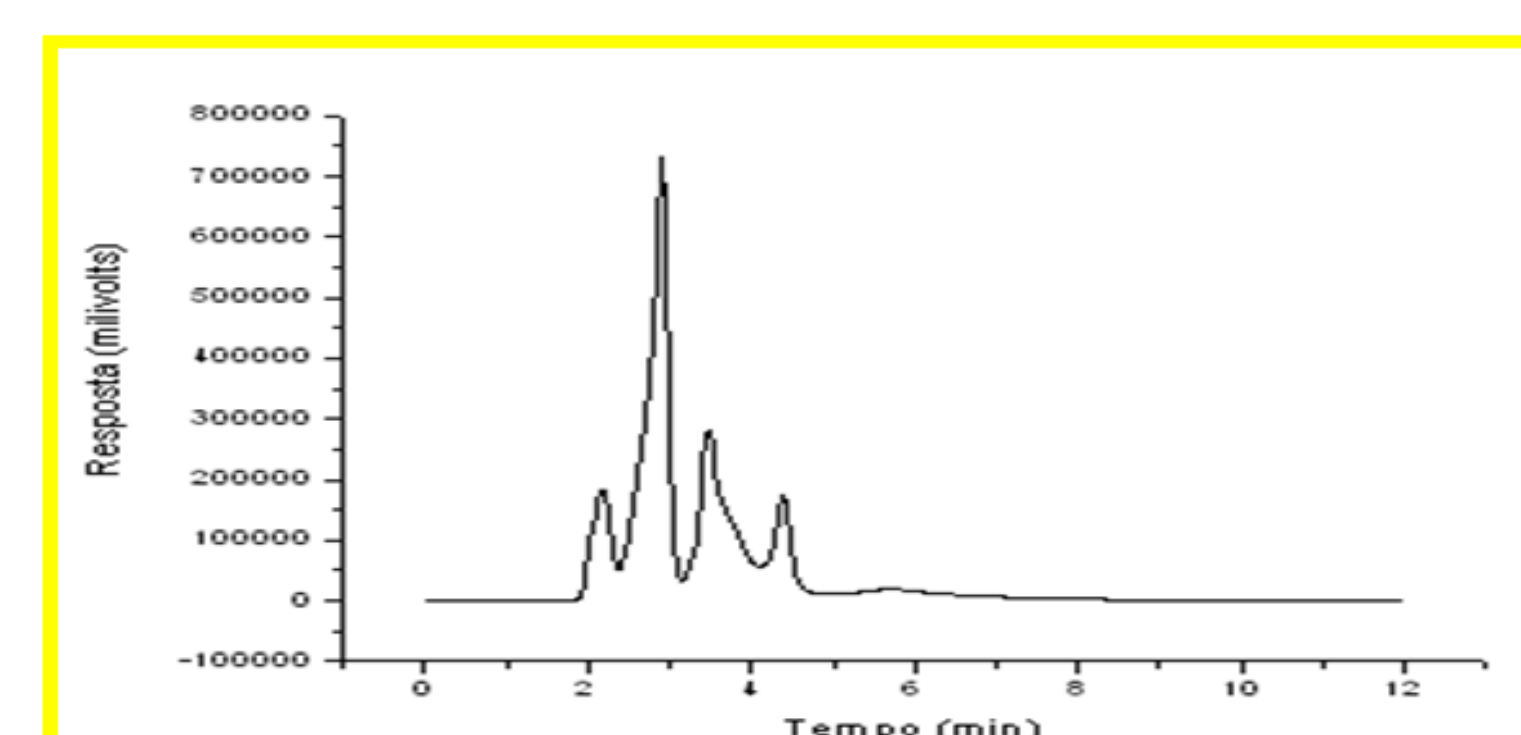


Figura 2 : Cromatograma da mistura dos antioxidantes (30 mg·L⁻¹). Condições cromatográficas: fase móvel metanol: água na proporção 55:45 (v/v), vazão 0,9 ml·min⁻¹ . Detecção: UV – vis, 314 nm.

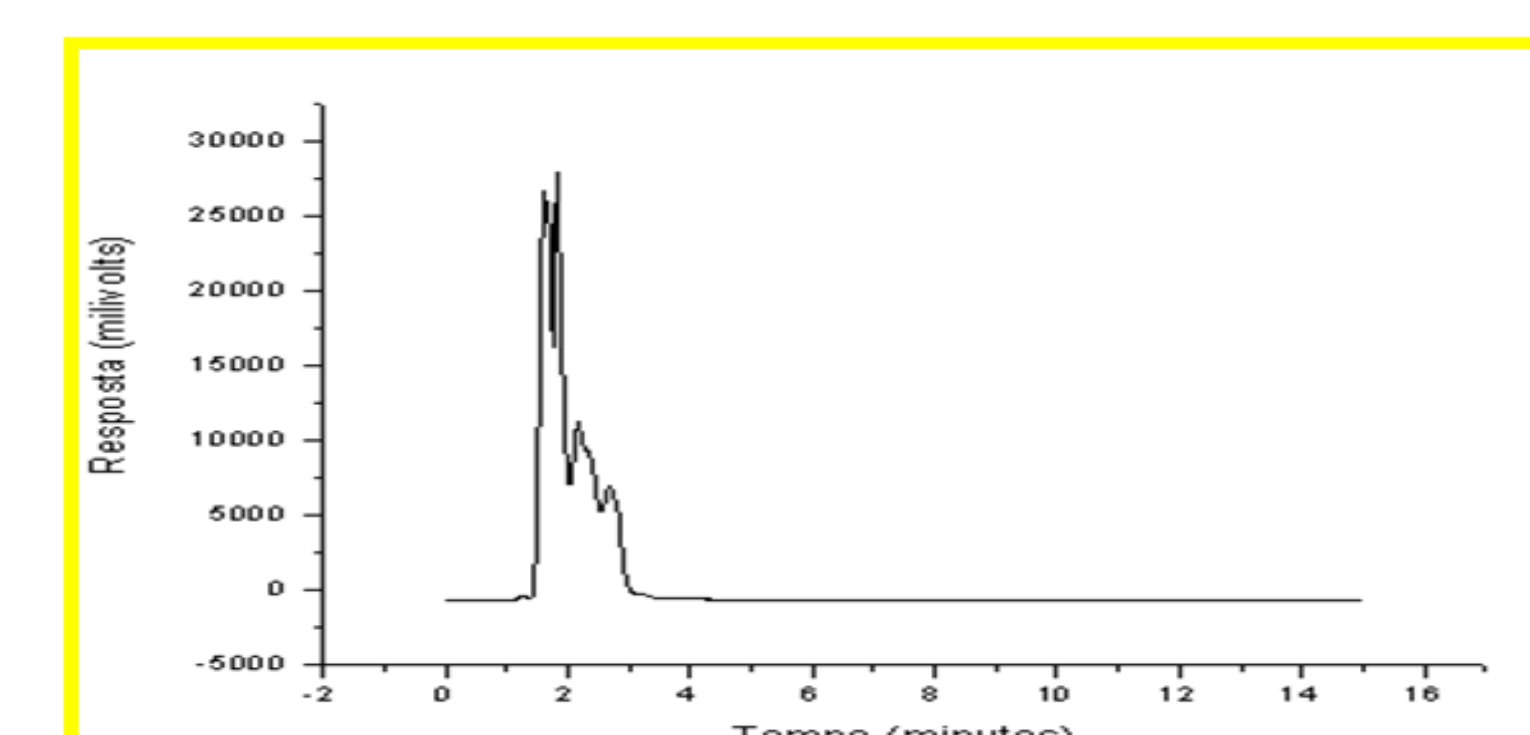


Figura 5 : Cromatograma da mistura dos antioxidantes (30 mg·L⁻¹). Condições cromatográficas: fase móvel metanol: água na proporção 55:45 (v/v) acidificada com ácido fosfórico em pH 3,5, vazão 1,0 ml·min⁻¹ . Detecção: UV – vis, 280 nm.

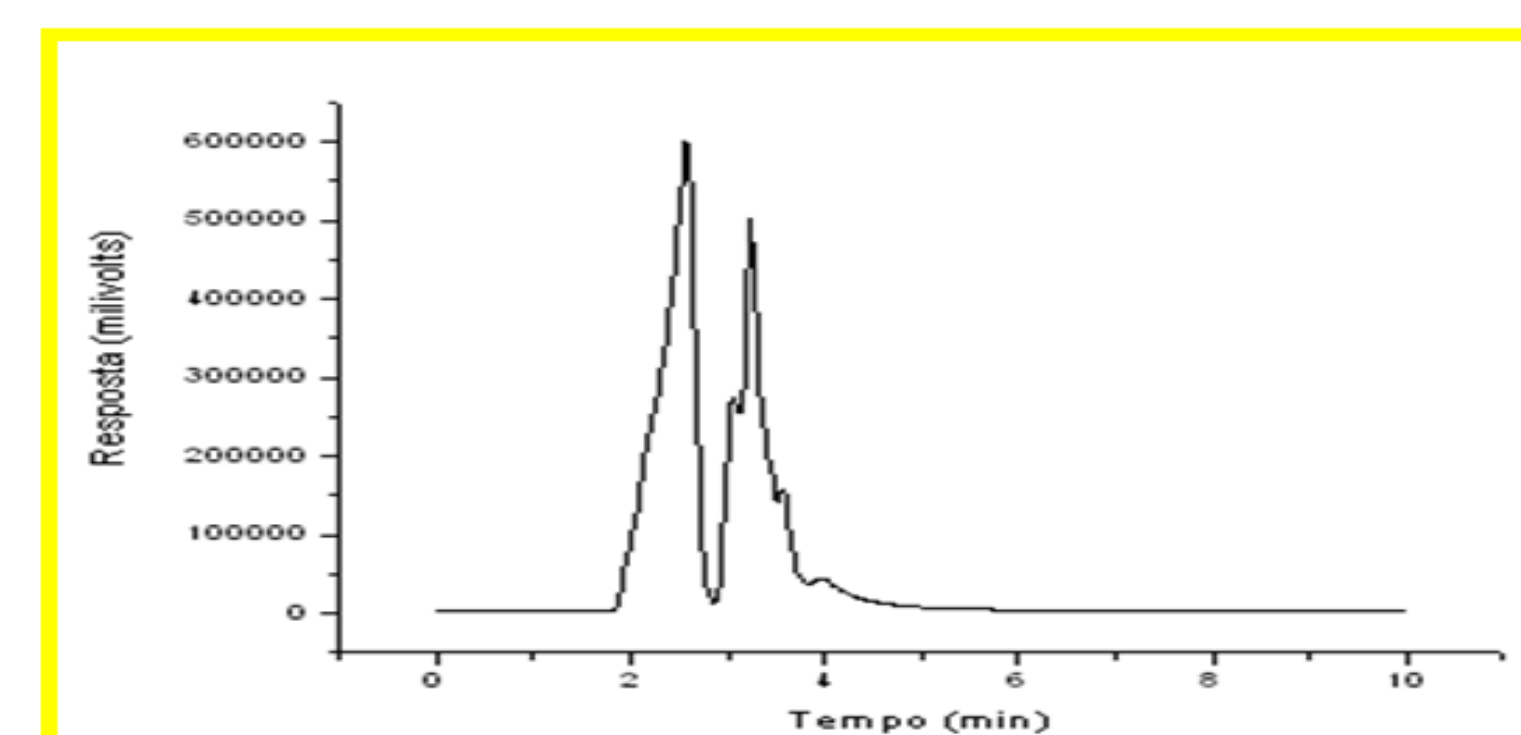


Figura 3 : Cromatograma da mistura dos antioxidantes (30 mg·L⁻¹). Condições cromatográficas: fase móvel metanol: água na proporção 60:40 (v/v), vazão 0,9 ml·min⁻¹ . Detecção: UV – vis, 314 nm.

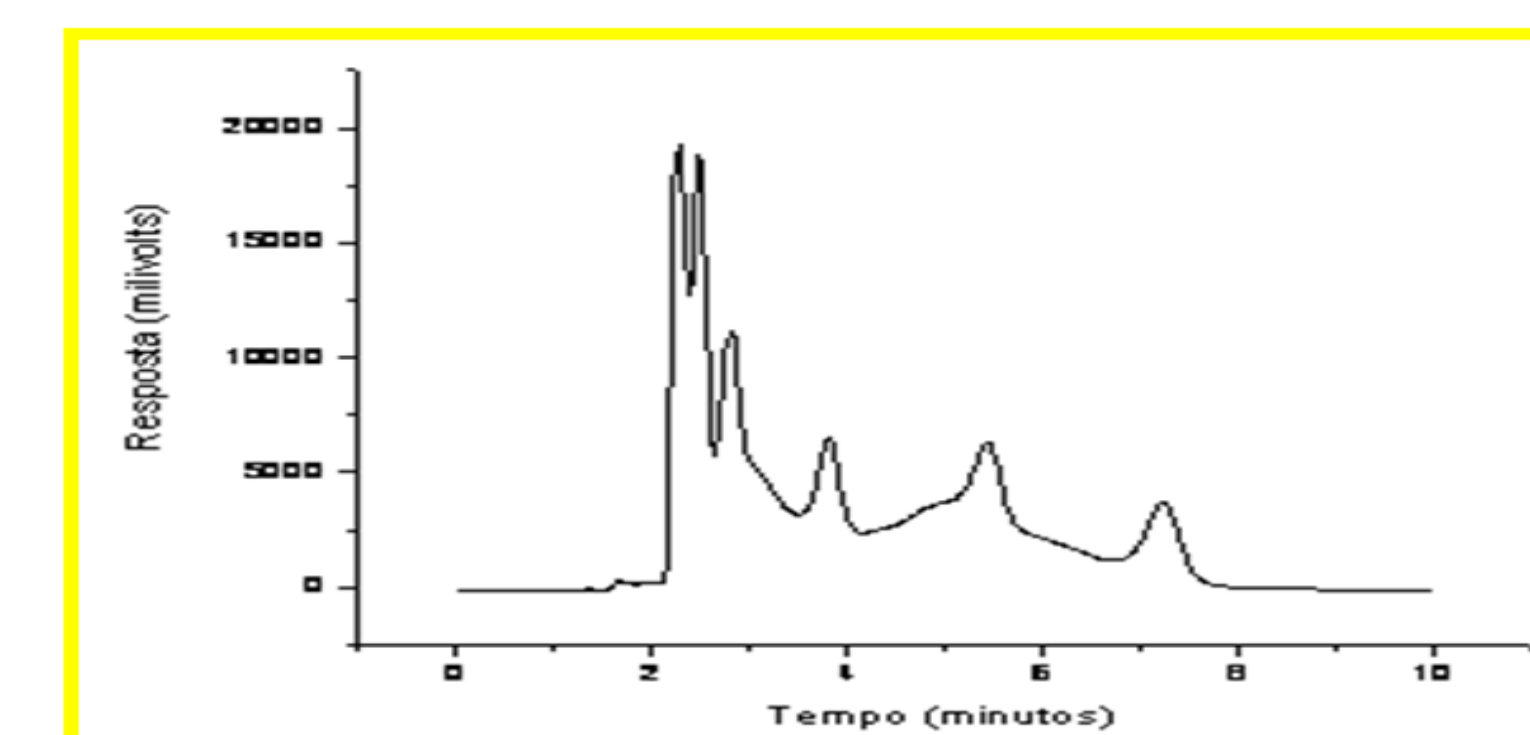


Figura 6 : Cromatograma da mistura dos antioxidantes (30 mg·L⁻¹). Condições cromatográficas: fase móvel metanol: água na proporção 55:45 (v/v) acidificada com ácido fosfórico em pH 4, vazão 1,0 ml·min⁻¹ . Detecção: UV – vis, 280 nm.

→ Dentre as condições testadas, a melhor proporção de fase móvel foi metanol:água 55:45 (v/v). Entretanto, novas condições cromatográficas no modo eluição por gradiente serão testadas para otimizar a separação dos antioxidantes.

CONCLUSÃO

→ O preparo do cartucho de extração em fase sólida foi realizado de maneira reprodutível.

→ A determinação de um comprimento de onda comum para a análise dos antioxidantes foi possível uma vez que a mistura apresenta uma boa absorção na região de 280 nm.

→ O modo de eluição isocrática mesmo com a utilização de fases móveis acidificadas, não foi eficiente para a separação total dos compostos, sendo recomendada a eluição por gradiente.

→ Como perspectivas futuras têm-se a otimização do método de eluição por gradiente e a otimização dos parâmetros de extração por SPE.