



Preparação de um sorvente baseado na imobilização de poli(metiloctilsiloxano) em monolitos de sílica aninhados em esponja mágica para extração de escopolamina de bebidas

Roberta Marcelino (PG)^{1,*}, Anizio M. Faria (PQ)^{1,2}

¹ Instituto de Química, Universidade Federal de Uberlândia. Uberlândia, MG, Brasil. ² Instituto de Ciências Exatas e Naturais do Pontal, Universidade Federal de Uberlândia. Ituiutaba, MG, Brasil. * roberta.marcelino@ufu.br

RESUMO (Times New Roman, tam 12)

Foi desenvolvido um sorvente para extração de escopolamina de bebidas, baseado na imobilização do polímero poli(metiloctilsiloxano) (PMOS) em monolitos de sílica preparados dentro de esponjas de melamina. A estratégia buscou superar a fragilidade de monolitos de sílica convencionais ao utilizar a esponja como suporte, conferindo resistência mecânica e manuseio facilitado. A imobilização térmica do PMOS aumentou a seletividade e estabilidade térmica do material, conforme evidenciado por espectroscopia no infravermelho e análise termogravimétrica. Os monolitos obtidos ocuparam cerca de 87,5% da estrutura da esponja e mostraram-se promissores para aplicação em extração em fase microssólida de escopolamina de amostras de bebidas alcoólicas. As etapas de caracterização por BET e MEV e os testes de extração com o material produzido se encontram em andamento.

Palavras-chave: imobilização polimérica, sílica monolítica, esponja melamina-formaldeído, processo sol-gel.

Introdução

A escopolamina é um alcaloide presente em diversas plantas da família Solanaceae, frequentemente associada a efeitos farmacológicos e toxicológicos. A determinação analítica da escopolamina tem se mostrado relevante, por ser adicionada em bebidas, de forma criminosa, numa prática conhecida como “Boa noite, Cinderela” (1). Devido ao efeito causado mesmo em baixa dosagem e a presença de inúmeras substâncias nas bebidas que dificultam sua identificação, torna-se necessária uma eficiente preparação de amostra para o adequado isolamento e purificação o extrato.

Sorventes monolíticos hierarquicamente porosos têm se destacado devido à sua eficiência na extração e purificação de compostos em amostras complexas. Os monolitos podem ser preparados dentro de moldes em diversos tamanhos e formatos, com elevada porosidade e área superficial, resultando em uma alta capacidade de interação e alto fator de concentração dos analitos (2).

A sílica possui alta resistência mecânica e facilidade de modificação, possibilitando um ajuste fino da seletividade dos seus sorventes. No entanto, monolitos de sílica são frágeis e quebradiços quando empregados com dimensões milimétricas (3). Uma solução recente tem sido a síntese de monolitos aninhados em esponjas, conferindo maior robustez ao material. A síntese do monolito ocorre dentro da estrutura porosa de uma esponja, resultando em um material de maior dimensão, com alta resistência mecânica, formato ajustável e integridade estrutural (3).

Neste trabalho foram sintetizados monolitos de sílica dentro de esponjas de melamina para uso como sorvente em extração em fase microssólida (μ SPE) de escopolamina de bebidas alcoólicas. Para melhorar a seletividade e eficiência do sorvente, foi estudada a imobilização térmica de um polímero (5), o poli(metiloctilsiloxano) (PMOS), na superfície e poros dos monolitos de sílica – Si(PMOS), caracterizando estrutural e morfologicamente o material otimizado.

Experimental

Síntese de monolitos de sílica dentro de esponjas de melamina

Inicialmente, cilindros de 1 cm de diâmetro por 1,5 cm de comprimento foram tratados com sol. HNO_3 1 % v/v. Em seguida, a solução precursora contendo 1,5 mL de tetraetoxissilano (TEOS), 0,27 g de ureia e 0,3 g de polietilenoglicol (PEG) 1000 em 3 mL de ácido acético 0,1 mol L^{-1} foi gotejada dentro das esponjas. As esponjas foram então submetidas a tratamento térmico a 80 °C por 12 h. Após este período, os monolitos de sílica foram lavados com água para remoção de reagentes excedentes e da acidez.

Imobilização térmica de PMOS

Para a imobilização polimérica, as esponjas contendo os monolitos de sílica foram adicionadas a uma solução de PMOS a 10 % (m/v) em clorofórmio, e submetidas a agitação por 3h à temperatura ambiente. Em seguida, cada esponja foi isolada para evaporação total dos solventes a 25 °C por 24 h. As esponjas secas foram então submetidas a imobilização térmica do PMOS a 140°C por 8 h.



Resultados e Discussão

A obtenção dos monolitos de sílica aninhados em esponja de melamina-formaldeído foi confirmada pela análise das esponjas em estereomicroscópio binocular, Figura 1. Na imagem, as regiões escuras referem-se a ocupação da esponja pelos monolitos de sílica. A análise por contraste da imagem e conversão em pixels por software, indicou uma ocupação de 87,5 % do volume da esponja com sílica monolítica.

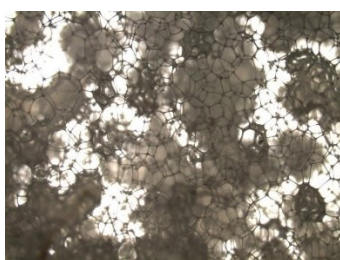


Figura 1. Imagem ampliada por estereomicroscópio binocular de monolito de sílica aninhado em esponja melamínica.

A efetividade da imobilização do PMOS na superfície e poros dos monolitos de sílica foi avaliada por espectroscopia na região do infravermelho, análise termogravimétrica. A Figura 2(a) apresenta o espectro de infravermelho dos monolitos de sílica aninhados na esponja antes e após a imobilização do PMOS.

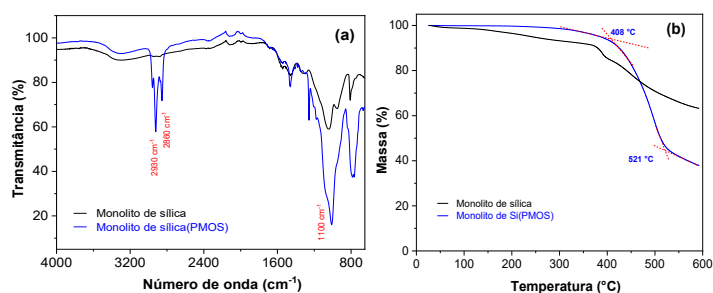


Figura 2. (a) Espectro de infravermelho e (b) curvas termogravimétricas dos monolitos de sílica e Si(PMOS) aninhados em esponja melamínica.

Os espectros de infravermelho dos monolitos de sílica, antes e após a imobilização térmica do PMOS, apresentam como principal diferença a presença dos sinais em 2960 e 2850 cm^{-1} , atribuídos ao estiramento C-H de grupos CH_3 e CH_2 , respectivamente, presentes na cadeia orgânica do PMOS. Além do aumento da intensidade do sinal em 1100 cm^{-1} atribuído ao estiramento da ligação Si-O-Si da estrutura da sílica e da cadeia polimérica do PMOS. Esses sinais evidenciam a modificação da sílica pelo PMOS dentro da esponja.

As curvas termogravimétricas (TG) da Figura 2(b) indicam uma maior estabilidade térmica para os monolitos de Si(PMOS) até cerca de 300 °C, sem perda de massa, devido à mudança da polaridade do sorvente. Nos monolitos de sílica, os grupos silanóis adsorvem água, que é perdida entre 60 e 150 °C, seguida da desidroxilação da sílica até 450 °C. O evento de perda de massa na curva TG da Si(PMOS) está associado à degradação do PMOS entre 408 e 521 °C.

Os monolitos de sílica aninhados na esponja melamínica, com e sem a imobilização térmica do PMOS, estão sendo caracterizados por área superficial BET e microscopia eletrônica de varredura nesse momento e serão empregados na extração de escopolamina de bebidas.

Conclusões

Os resultados obtidos até o momento confirmam o sucesso na preparação de monolitos de sílica aninhados em esponja melamínica e sua funcionalização com PMOS. O recobrimento polimérico dos monolitos de sílica dentro da esponja melamínica foi evidenciado por espectroscopia no infravermelho e análise termogravimétrica, ocupando quase 90% do volume da esponja. O material obtido mostra potencial para aplicações na extração em fase microssólida de escopolamina de bebidas de forma eficiente. Estudo que se encontra em andamento.

Agradecimentos

Os autores agradecem à FAPEMIG (APQ-22-1901), à FINEP (01.13.0371.00) e PROPP/UFU.

Referências

1. W.R. Silva, M.M.A.C. Ribeiro, E.M. Richter, A.D. Batista, J.F.S. Petrucci, *Chemosensors* **2022**, 10, 387.
2. I.D. Souza, M.E.C. Queiroz, *Journal of Chromatography A* **2024**, 1713, 464518.
3. Z. Liu, P. Jiang, G. Huang, X. Yan, X. Li, *Analytical Chemistry* **2019**, 91, 3659-3666.
4. N. Morales, S.C. Thickett, F. Maya, *Journal of Separation Science* **2023**, 46, 1-8.
5. C.R.M. Vigna, L.S.R. Morais, C.H. Collins, I.C.S.F. Jardim, *Journal of Chromatography A* **2006**, 1114, 211-215.