

Comparação de dois métodos de preparo de amostras de material vegetal para análise por CLAE.

Ieda Spacino Scarmínio (PQ), Patrícia Kaori Soares (PG)* e Fernanda Delarozza (PG)

pattyks@hotmail.com

Laboratório de Quimiometria em Ciências Naturais; Departamento de Química, Universidade Estadual de Londrina, Caixa Postal 6001, CEP 86051-970, Londrina, Paraná, Brasil.

Palavras Chave: *Bauhinia*, métodos quimiométricos, CLAE

Introdução

Geralmente, os métodos utilizados no controle de qualidade de plantas ou ervas medicinais envolvem inspeção sensorial (exames macroscópicos e microscópicos) e inspeções analíticas, através de técnicas instrumentais como a cromatografia em camada delgada (CCD), cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE), espectroscopia no infravermelho próximo, etc. Por outro lado, os métodos de extração e preparação da amostra, bem como as condições da análise, também são de grande importância para a obtenção de uma boa impressão digital. Dessa forma este trabalho teve como objetivo comparar dois métodos de preparo de amostras de material vegetal para serem analisados por CLAE. Para isto foi utilizada uma espécie de pata de vaca classificada como *Bauhinia forficata*.

Resultados e Discussão

Foram preparados 10 extratos com base em um planejamento experimental do tipo Centróide-Simplex modificado, representado por um triângulo equilátero. Os vértices correspondem aos solventes puros, 1 diclorometano, 2 etanol e 3 acetato de etila, as arestas à misturas binárias e o ponto central à uma mistura ternária de volumes iguais dos três solventes. Foram adicionadas mais três misturas nas proporções 4:1:1, 1:4:1 e 1:1:4. Os extratos foram preparados pesando-se 3,00 g de folhas secas e submetidos a extração com 60 mL do solvente. Estas misturas ficaram em repouso por 24 horas e em seguida foram submetidas a extrações exaustivas. Para a análise por CLAE as amostras foram preparadas de duas maneiras. Foram pesados 50 mg do extrato bruto e dissolvidos em 3 mL do solvente extrator, após uma hora, uma alíquota de 50µL desta solução foi diluída em (a) 950µL da fase móvel e (b) em 950µL do solvente extrator, totalizando 20 amostras. As amostras foram analisadas por CLAE na fase móvel otimizada. A fase móvel foi escolhida com o uso da técnica de CCD segundo um planejamento experimental do tipo Centróide-Simplex para três componentes, metanol (1), acetonitrila (2) e uma mistura (3) composta por 70% água milli-Q, 15% metanol e 15% acetonitrila. O eluente escolhido foi a

mistura ternária na proporção de 1:1:4, respectivamente. As amostras foram monitoradas com tempo de retenção de 30 minutos e no comprimento de onda de 220 nm. A análise de componentes principais (ACP) foi aplicada à uma matriz 20x1216. As 3 primeiras componentes explicam em torno de 97,21% da variância dos dados. A figura 1 mostra a projeção da CP2 com a CP3.

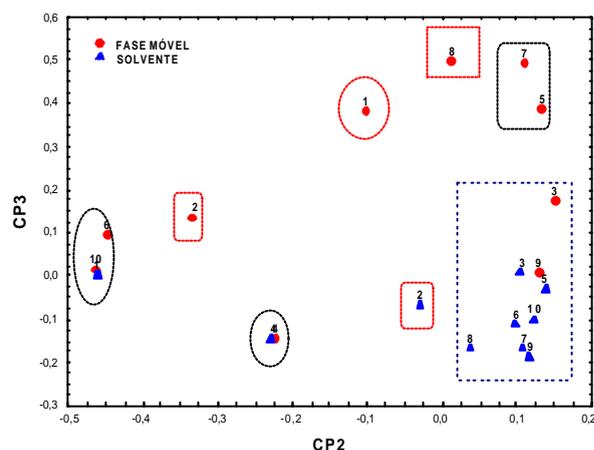


Figura 1. Gráfico dos escores da CP2 versus CP3.

Na figura é possível observar que a maioria extratos, com exceção do ponto 4 do planejamento (diclorometano:etanol 1:1), podem ser discriminados, e que a maioria das amostras preparadas com diluição na fase móvel encontram-se na parte positiva da CP3. Os loadings mostram que essas amostras possuem maior influência das variáveis com tempo de retenção em 3,59 e 3,86 minutos. A análise hierárquica (AH) confirmou os resultados obtidos pela ACP.

Conclusões

Os resultados mostraram que existe diferença com relação à etapa de preparação da amostra para análise por CLAE e que quando estas são diluídas na fase móvel obtemos melhor separação e eficiência, no entanto menor concentração.

Agradecimentos

Fundação Araucária, Proap\CAPES e CNPq.