

Influência da força do solvente na impressão digital cromatográfica da *Bauhinia variegata* L.

Ieda Spacino Scarminio(PQ)*, Fernanda Delaroza (PG) *iscarminio@gmail.com*

Laboratório de Quimiometria em Ciências Naturais- Departamento de Química, Universidade Estadual de Londrina Cep 6001, Londrina PR

Palavras Chave: CLAE, *Bauhinia Variegata* L., otimização.

Introdução

A maior tarefa na CLAE é encontrar a composição ótima do solvente para a fase móvel. A seleção das proporções apropriadas é tediosa e, além disso, consome tempo e reagente. Neste caso um processo de otimização torna-se necessário. Sendo assim, o objetivo deste trabalho foi avaliar por meio de um planejamento experimental de misturas a composição do extrator bem como da fase móvel, buscando um maior número de picos.

Resultados e Discussão

As amostras de *Bauhinia variegata* L foram preparadas pesando-se 5 mg de cada extrato re-dissolvidos em 3,00 mL nas proporções dos solventes extratores conforme planejamento¹ descrito na Figura 1. Após 1 hora, cada solução foi filtrada em filtro de papel. Deste filtrado foram tomadas alíquotas de 50 µL e diluídas com 950 µL (1:20) nas fases móveis **A** (0,615 água e 0,385 de metanol); **B** (0,42 água e 0,58 de metanol) e **C** (0,23 água e 0,77 de metanol) com forças de 1,0; 1,5 e 2,0 e polaridade de 8,24 7,24 e 6,27 respectivamente. Depois de diluídas foram filtradas mais duas vezes em filtro Milipore Millex com 0,22 µm, colocadas em eppendorf e armazenadas em freezer. A análise por CLAE foi realizada nas seguintes condições: Temperatura do forno 50 °C, volume de injeção de 20 µL, vazão da fase móvel a 1 mL.min⁻¹, eluição monitorada no comprimento de onda de 210 nm e tempo de retenção de 30 min. O critério usado para otimizar o extrato na fase móvel foi o que trouxesse o maior número de informações em seu perfil cromatográfico, ou seja, mais números de picos no cromatograma. Como mostrado na Figura 2, a fase **C** foi a que apresentou maiores números de picos. A fim de avaliar o efeito do solvente na fase **C** foi ajustado o número de picos cromatográficos a um modelo linear. Como este modelo apresentou falta de ajuste, um segundo modelo, o quadrático foi ajustado aos dados. A equação polinomial de segunda ordem para este modelo é:

$$\hat{y} = d + e + a - 2,76d + -2,76da + ea$$

(±0,44) (±0,44) (±0,44) (±2,01) (±2,01) (±2,01)

O modelo indica a existência de quatro termos significativos (negrito), ou seja, que possuem coeficientes com valores mais altos em relação ao erro padrão.

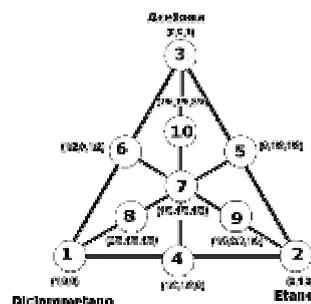


Figura 1. Planejamento experimental do tipo Centróide Simplex Axial com 3 componentes para a escolha do solvente extrator

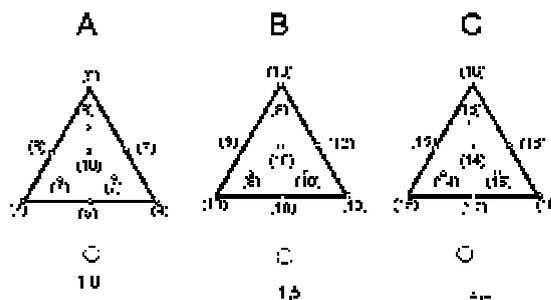


Figura 2. Número de picos para cada amostra em seu meio extrator nas fases móveis A, B e C.

A equação 1 e a Figura 2 mostram que para obter uma melhor impressão digital cromatográfica a composição do sistema extrator deve conter maior quantidade de acetona, seguida de diclorometano e etanol. Existe um efeito sinérgico entre os solventes etanol e acetona.

Conclusões

Aumentando a força do solvente ou seja diminuindo a polaridade aumentou-se o número de picos, portanto a melhor fase foi a C (0,23 água e 0,77 de metanol). Nesta condição cromatográfica o modelo prevê 16 picos usando o sistema extrator com 75% de acetona e 25% etanol ou com uma mistura ternária adicionando uma pequena quantidade de diclorometano.

Agradecimentos

Proap/CAPES e CNPq

¹ Neto, B.de B.; Sarminio, I. S; Bruns, R. E., *Como fazer experimentos*. **2003**.