

Determinação de perácidos obtidos *via* enzimática por eletroforese capilar de zona

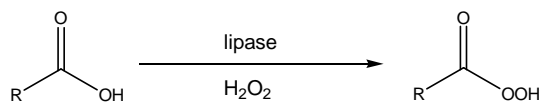
Melina Heller (PG)*, Thiago B. Bitencourt (PG), Marcelo A. Moreira (PG), Daniel A. Spudeit (IC), Maria da Graça Nascimento (PQ) e Gustavo A. Micke (PQ). *melinaheller@yahoo.com.br

Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, SC, Brasil 88040-900.

Palavras Chave: *eletroforese capilar, perácidos, lipase*

Introdução

Os perácidos orgânicos (**1**) são oxidantes de caráter eletrofílico (bastante reativos com substratos ricos em elétrons) e, portanto bastante aplicados em síntese orgânica. Estes compostos não estão disponíveis comercialmente podendo ser preparados pela reação de um ácido carboxílico com peróxido de hidrogênio catalisado por ácido clorídrico. O uso de lipases na formação de perácidos vem sendo amplamente estudado, pois é possível preparar vários oxidantes em condições brandas de temperatura, agitação e pH. (Esquema 1).¹



Esquema 1. Preparação de perácidos catalisada por lipases.

Muitos métodos analíticos para a determinação de perácidos são baseados nas propriedades redox dessas substâncias. Um exemplo é a determinação desses compostos por titulação com permanganato de potássio com adição de excesso de iodeto, seguida por titulação com tiosulfato de sódio. Este trabalho demonstra de forma simples e direta a determinação de perácidos por eletroforese capilar.

Resultados e Discussão

Para a preparação enzimática dos perácidos, utilizaram-se os ácidos acético, propiônico, butírico e hexanóico (2,5mmol), e 50mg de Novozym 435 (lipase de *Candida antarctica* B – CALB – 10,000u/g), e 5mmol de uréia peróxido de hidrogênio em 10 mL de acetonitrila. O procedimento analítico baseou-se em diluir os perácidos resultantes em acetonitrila (1 : 9 v/v) e análise em equipamento de eletroforese capilar (Agilent Technologies modelo HP^{3D}CE Palo Alto, CA, E.U.A.), com detector de arranjo de diodos). O eletrólito foi composto por 20 mmolL⁻¹ de tetraborato de sódio (TBS) em água (pH 9,30) e 0,2 mmolL⁻¹ de brometo de cetiltrimetilamônio (CTAB). Utilizou-se injeção hidrodinâmica 50 mbar durante 5 s, tensão de 30 kV, polaridade negativa, em coluna capilar de sílica fundida com revestimento externo de poliimida (48,5 cm x 50 µm D.I. x 375 µm D. E.) da marca

Polymicro (Phoenix, AZ, USA), à 25°C com detecção direta em 200 nm. Os eletroferogramas apresentados na Figura 1, mostram a formação do ácido peracético através da comparação do produto da reação (B) com o reagente de partida (A). Para os demais ácidos os perfis são bastante semelhantes.

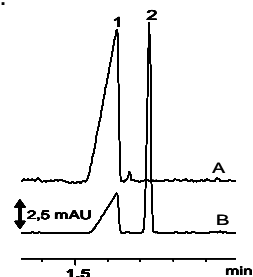


Figura 1. Eletroferogramas da conversão (A) do ácido acético (1) e da formação (B) do peracético (2). Condições de análise como descritas acima.

A Figura 2 mostra o percentual de conversão em perácido em função do número de carbonos da cadeia alquílica, calculado pela quantificação dos perácidos usando curvas de calibração individuais dos ácidos orgânicos de partida, (faixa linear: 600 a 3000 mg/L; R² > 0,9969).

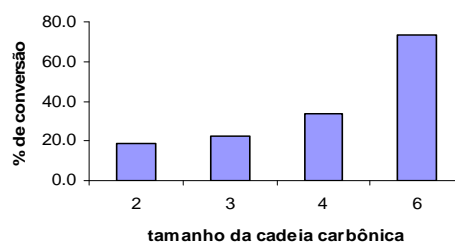


Figura 2. Variação da conversão em perácidos (%) em função da cadeia alquílica dos ácidos carboxílicos.

Conclusões

Os resultados obtidos demonstraram que a eletroforese capilar é uma técnica eficiente, rápida e precisa para a determinação de perácidos obtidos *via* enzimática sendo, portanto uma excelente ferramenta no estudo da obtenção destes compostos.

Agradecimentos

UFSC-DQ, CNPQ, CAPES, Novozymes.

¹Bitencourt, T. B.; Nascimento M. G.; *Green Chem.*, 2009, DOI: 10.1039/b816955a.