

Comparação de métodos de Cromatografia a Líquido de Alta Eficiência e de Cromatografia a Líquido de Resolução Rápida para a determinação de hidrazonas de aldeídos e cetonas

Soraya de M. Ochs^{1,2} (PG), Natália G. de Figueiredo^{1,2} (PG), Renata P. Barreto² (PQ), Máira F. P. Lima² (IC), Flávio C. Albuquerque³ (PQ), Maria Cecília G. Pontes Massa³ (PQ), Annibal D. Pereira Netto^{1,2} (PQ)*. annibal@vm.uff.br

¹ Programa de Pós-Graduação em Química – Instituto de Química, Universidade Federal Fluminense, Outeiro de São João Batista s/n, - Campus do Valonguinho, Centro, Niterói, RJ - CEP: 24.020-141.

² Laboratório de Química Analítica Fundamental e Aplicada – Departamento de Química Analítica, Instituto de Química, UFF, Outeiro de São João Batista s/n, - Campus do Valonguinho, Centro, Niterói, RJ - CEP: 24.020-141.

³ Centro de Pesquisas e Desenvolvimento Leopoldo Américo Miguez de Mello, CENPES, PETROBRAS, Av. Horácio de Macedo, 950, - Cidade Universitária, Rio de Janeiro, RJ - 21941-598.

Palavras Chave: Aldeídos, Cetonas, CLAE.

Introdução

O monitoramento de aldeídos e cetonas no meio ambiente, principalmente na atmosfera, é de grande interesse devido à toxicidade que muitas destas substâncias apresentam. Como exemplo, é possível citar o formaldeído e o acetaldeído, que são classificados pela IARC, como carcinogênico (grupo 1) e como possível carcinogênico (grupo 2B), respectivamente. Cromatografia a Líquido de Alta Eficiência com detecção por Ultravioleta (CLAE-UV) é frequentemente utilizada na determinação de substâncias carboniladas em amostras ambientais, após formação das hidrazonas correspondentes por reação com 2,4-dinitrofenilhidrazina.¹ Colunas de ODS e fase móvel composta por acetonitrila e água são geralmente usadas. O recente desenvolvimento da técnica de Cromatografia a Líquido de Rápida Resolução (CLRR), que permite utilizar fases estacionárias com partículas de tamanho inferior a 2 µm, pode resultar em ganhos em resolução e em redução do tempo de análise. Neste trabalho é apresentado um estudo comparativo das condições analíticas otimizadas de CLAE e de CLRR para determinação de hidrazonas derivadas de substâncias carboniladas de interesse ambiental.

Resultados e Discussão

Uma solução contendo hidrazonas derivadas de 15 substâncias carboniladas em concentrações de 1 mg.L⁻¹, preparada a partir da diluição (1:100) de uma mistura padrão (T011/IP-6A Aldehyde/Ketone-DNPH mix; Supelco N 58298) foi usada para a otimização da separação cromatográfica em fase reversa com detecção em 360 nm. As seguintes colunas foram avaliadas: Coluna A (Supelcosil LC-18; C18, 250 x 4,6 mm; 5 µm, Supelco) em sistema CLAE, Coluna B (Zorbax Eclipse Plus C18, 50 x 2,1 mm; 1,8 µm, Agilent) e Coluna C (Zorbax Eclipse Plus C18, 50 x 4,6 mm; 1,8 µm, Agilent), estas em sistema CLRR. A separação dos picos cromatográficos foi otimizada em gradientes de acetonitrila/água resultando nos parâmetros cromatográficos da Tabela 1.

Tabela 1. Parâmetros cromatográficos selecionados.

Colunas (Sistema)	Temperatura da coluna (°C)	Volume de injeção (µL)	Vazão de fase móvel (mL.min ⁻¹)	Tempo de análise (min)
A (CLAE)	30	10	1,5	12,5
B (CLRR)	26	3	0,75	8,0
C (CLRR)	35	10	3	9,5

Os limites de detecção (LDs) e os limites de quantificação (LQs) foram avaliados com curvas analíticas na faixa de 10 a 500 µg.L⁻¹ (Tabela 2).

Tabela 2. Limites de detecção e limites de quantificação analíticos (µg.L⁻¹) das hidrazonas.

Hidrazonas derivadas das substâncias carboniladas	Coluna A (CLAE)		Coluna B (CLRR)		Coluna C (CLRR)	
	LD	LQ	LD	LQ	LD	LQ
Formaldeído	2	5	2	6	3	9
Acetaldeído	1	3	8	28	1	4
Acetona	2	7	5	17	3	11
Acroleína	2	6	2	8	7	22
Propionaldeído	3	11	4	12	1	5
Crotaldeído	2	6	4	13	1	4
Butiraldeído	4	15	5	17	2	6
Benzaldeído	6	21	8	28	4	12
Isovaleraldeído	3	10	2	8	7	24
Valeraldeído	4	14	4	13	4	13
o,m,p-Tolualdeídos	4	12	1	5	1	4
Hexaldeído	4	14	4	14	2	6
2,5-Dimetilbenzaldeído	8	25	6	19	10	32

Conclusões

As condições cromatográficas otimizadas em CLRR levaram a menor tempo de análise que em CLAE. A vazão de fase móvel na coluna B foi menor que na coluna A (CLAE) e na coluna C (CLRR), resultando em menor consumo de solvente. Os LDs e LQs na coluna A (CLAE) e na coluna C (CLRR) foram comparáveis entre si, mas piores que na coluna B, onde o volume injetado é 30% do injetado nas colunas A e C. Os resultados indicam que o uso de CLRR na determinação de substâncias carboniladas em amostras ambientais, nas condições usuais de amostragem leva à melhoria dos LQs e à consequente redução do volume de ar amostrado.

Agradecimentos

CENPES, CAPES, PROPP-UFF

¹de Andrade, M. V. A. S.; Pinheiro, H. L. C.; Pereira, P. A. de P.; de Andrade, J. B.; *Química Nova*, **2002**, *25*, 1117