

Focalização: efeito de solventes na forma do pico cromatográfico

Raphael Teixeira Verbinnen¹ (PG), Gustavo Henrique L. Vicente (PG)¹, Eny Maria Vieira¹ (PQ)

raphaeltv@hotmail.com

Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, Av. Trabalhador São-carlense, 400, Centro. CEP: 13566-590, São Carlos/SP.

Palavras Chave: Cromatografia líquida, focalização, efeito de solvente.

Introdução

Em cromatografia busca-se sempre picos gaussianos, estreitos e sem deformações. Picos mais altos e estreitos acabam resultando em melhor precisão e na diminuição dos valores dos limites de detecção (LD) e de quantificação (LQ), o que é de grande interesse em análise de amostras ambientais, por exemplo. Geralmente são obtidos quando as condições cromatográficas utilizadas alcançam boa resolução.

O estreitamento da banda cromatográfica, ou focalização, pode ser alcançado de diferentes maneiras¹. O uso de solventes de dissolução da amostra adequados às condições cromatográficas é talvez a mais simples e de menor custo delas. Neste trabalho é apresentada a melhora do sinal cromatográfico obtida ao se aplicar este artifício para a focalização.

Resultados e Discussão

Foi utilizada CLAE-FLU, no modo fase reversa, empregando coluna C₁₈ (250 x 4,6 mm, 5 µm), acoplada à pré-coluna C₁₈ (12,5 x 4,6 mm, 5 µm). Fase móvel isocrática água:acetonitrila (50:50), fluxo de 1 mL min⁻¹, volume de injeção de 20 µL, excitação em 280 nm e emissão em 300 nm. O analito objeto de estudo foi o bisfenol-A (BPA), cujo método foi desenvolvido para análise em água².

Este conta com etapa de concentração e extração via SPE, com posterior secagem do extrato sob nitrogênio e reconstituição em ACN. Com o propósito de focalizar a amostra testou-se a reconstituição em água ultra pura, sendo esta a única alteração no método original.

Na Fig. 1 é apresentado o perfil do pico obtido no cromatograma utilizando-se as condições previamente descritas, sendo a curva em azul obtida usando-se ACN como solvente de reconstituição e em vermelho, água ultra pura. Uma rápida inspeção visual torna notável o estreitamento do pico e o aumento de sua altura, quando o extrato seco é reconstituído em água ultra pura.

A Tab. 1 apresenta os valores de parâmetros que evidenciam a diferença do pico em função do solvente empregado na solubilização da amostra. Nota-se que o número de pratos teóricos, a altura e a razão sinal/ruído possuem valores maiores ao se

empregar água. Portanto, representam maior eficiência do sistema cromatográfico, bem como permitem conseguir-se LD e LQ em níveis baixos e melhor precisão.

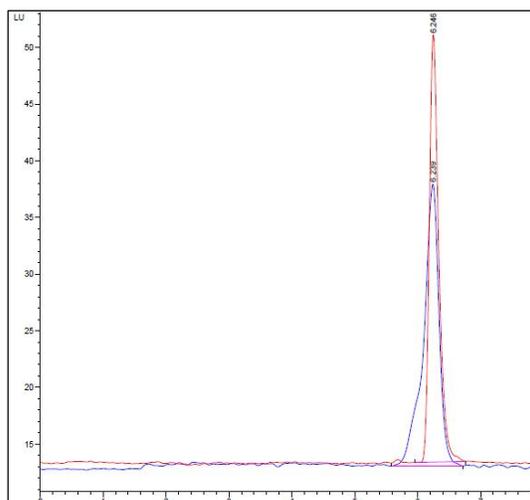


Figura 1. Cromatogramas de solução-padrão BPA (5 mg L⁻¹), preparada em H₂O (vermelho) e em ACN (azul).

Tabela 1. Comparação dos parâmetros dos picos.

| Parâmetro | Água (H ₂ O) | Acetonitrila (ACN) | Diferença (H ₂ O-ACN) |
|---------------------|-------------------------|--------------------|----------------------------------|
| Área (LU*s) | 399,9 | 435,1 | -35,2 |
| Altura (LU) | 37,7 | 24,9 | 12,8 |
| Largura (s) | 0,1582 | 0,2555 | -0,0973 |
| Simetria | 0,664 | 1,485 | -0,0821 |
| Pratos teóricos (N) | 9456 | 4062 | 5394 |
| Razão sinal/ruído | 225,4 | 126,6 | 98,8 |

Conclusões

A injeção da amostra dissolvida em solvente mais fraco (maior polaridade, no caso de cromatografia em fase reversa) resultou em melhor pico cromatográfico, portanto a focalização pode ser considerada bem-sucedida.

Agradecimentos

À CAPES e à FAPESP pelo apoio financeiro.

¹ Santos Neto, A. J. dos. *Scientia Chromatographica*. 2009, 1 (3), 69.

² Leandro, F. Z. J. *Dissertação de Mestrado em Química (UNESP)*. 2006, 94p.