

Efeito da Variação de Temperatura em Cromatografia Preparativa de Saponinas

Ricardo M. Borges (PG)*, Antonio Jorge R. da Silva (PQ)

Núcleo de Pesquisa de Produtos Naturais (NPPN); CCS, Bloco H; Cidade Universitária - CEP: 21941-902

*e-mail: rmborges@nppn.ufrj.br

Palavras Chave: CLAE preparativa.; Temperatura.

Introdução

Em cromatografia líquida (CLAE) em escala preparativa as preocupações giram em torno de: quantidade de material a ser injetada, resolução cromatográfica, volume de solvente e tempo a ser investido. O uso de aquecimento como auxílio em CLAE preparativa não é muito comum, e poucos são os estudos relacionados ao tópico.^{1,2,3} Como vantagens práticas da aplicação de temperaturas acima da ambiente em CLAE podemos citar: redução da viscosidade do sistema líquido, redução da pressão geral do sistema e aumento da resolução. No presente trabalho o objetivo é mostrar como o aumento da temperatura em CLAE em modo preparativo pode ser vantajoso na separação de uma mistura complexa de saponinas (uma classe de produtos naturais de reconhecida difícil purificação).

Resultados e Discussão

Neste estudo foi utilizada uma mistura de saponinas obtidas de *Chiococca alba*⁴ e variadas condições cromatográficas em CLAE (C-18; 200 nm) foram testadas. No desenvolvimento do trabalho a visível redução da pressão do sistema possibilitou a aplicação de uma vazão maior o que possibilitou a diminuição do tempo de análise. Entretanto essa redução é acompanhada por perda na separação dos sinais. Visto que a pressão do sistema foi reduzida, foi possível reduzir a concentração da fase orgânica do sistema para uma maior separação dos sinais.

Inicialmente, as condições utilizadas foram fixadas e apenas a temperatura da coluna foi variada (25-60 °C). O cálculo da resolução (0,972) revelou como temperatura ótima 40 °C (tabela 1; a simples visualização do cromatograma reafirma tal escolha). Então, mantendo-se a temperatura da coluna a 40 °C, o sistema de solventes foi modificado e a concentração da porção orgânica foi reduzida. Com um tempo de análise de 73 minutos, a resolução foi elevada a 1,24 (tabela 2). Visando ainda a melhoria no procedimento, juntamente com a redução na pressão do sistema, a vazão foi aumentado para 5 ml/min.. Como resultado foi obtido um

cromatograma com um tempo de análise de 60 minutos e resolução de 1,267.

Tabela 1. Otimização da temperatura da coluna.

Temp. (°C)	Pressão Kg/cm ²	Tempo de análise	Resolução
25	77	60	0,922
40	68	33	0,972
50	52	33	0,838
60	52	30	0,943

*vazão: 4ml/min.; S. Solvente: 70 % MeOH.

Tabela 2. Otimização do Sistema de Solventes.

Fluxo (ml/min.)	Pressão Kg/cm ²	Tempo de análise	Resolução
4	66	73	1,24
5	81	60	1,267

*Temp: 40 °C; S. Solvente: 65 % MeOH.

** calculos realizados sobre a separação de dois dos picos de interesse.

Conclusões

A partir dos resultados obtidos pode-se concluir que a elevação da temperatura pode ser utilizada de forma a melhorar a separação de misturas complexas de produtos naturais. A melhoria na separação dos sinais e menor tempo de análise foram fatores decisivos para o apontamento do sucesso do experimento.

A aplicação de recursos de planejamento fatorial pode ser um auxílio valioso na escolha das condições ótimas de separação. Entretanto, o objetivo desta comunicação é, apenas, instigar o uso de temperaturas variadas em CLAE, principalmente, em modo preparativo.

Agradecimentos

Central Analítica/ NPPN-UFRJ; CAPES; CNPq

1. Welsch, T.; Schmid, M.; Kutter, J.; Kálmán, A. Journal of Chromatography A, 728 (1996) 299-306.
2. Brandt, A.; Mann, G.; Arlt, W. Journal of Chromatography A, 769 (1997) 109-117.
3. Heinisch, S.; Rocca, J-L.. Journal of Chromatography A, 1216 (2009) 642-658.
4. Borges, R.M.; Tinoco, L.W.; Souza Filho, J.D.; Barbi, N.S.; Silva, A.J.R. J. Braz. Chem. Soc., 20 (2009) 1738-1741.