

Uso do planejamento de misturas na otimização do solvente de eluição em EFS de compostos fenólicos em cachaça.

Pedro Kaynnan C. Barreto^{1*} (IC); Daniel Florêncio Filho¹ (IC); Débora de Andrade Santana¹ (PQ); Gisele Olímpio da Rocha¹ (PQ)

1- Departamento de Química e Exatas, Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Itapetinga-Ba

2- Instituto de Química da Universidade Federal da Bahia, Salvador-Ba;

*pedro_kaynnan@hotmail.com

Palavras Chave: *Planejamento simplex-centróide, compostos fenólicos; cachaça.*

Introdução

A extração em fase sólida (EFS) é uma técnica de preparo de amostras muito utilizada. Suas etapas consistem em geral da ativação e condicionamento do sorvente, introdução da amostra, limpeza do cartucho, eluição e coleta do analito. Na eluição os compostos adsorvidos são removidos por um solvente¹.

Neste trabalho foi realizada a otimização do eluente em um procedimento de extração em fase usando um planejamento de misturas na avaliação da melhor proporção acetonitrila, metanol e água que permita uma boa recuperação de compostos fenólicos em amostras de cachaça para cartuchos com diferentes recheios poliméricos. Para isso aplicou-se um planejamento simplex centróide à etapa de eluição com posterior medida espectrofotométrica aplicando a metodologia de Folin Ciocalteu²

Resultados e Discussão

Foram preparadas soluções de cachaça com adição de um mix de compostos fenólicos (ácidos gálico, elágico, caftárico, sinápico, siringico, p-cumárico, vanílico, ferúlico, catequina, epicatequina, seringaldeído, resveratrol, coniferaldeído, miricetina e quercetina) com concentrações e volumes finais de 0,1 ppm e 10,0 mL respectivamente.

Essas soluções forma submetidas a um procedimento de extração em fase sólida utilizando cartuchos de com recheios poliméricos espuma de poliuretano, XAD 2, XAD 7 desenvolvidos neste experimento e aos cartuchos comerciais strata X e C18. Um planejamento simplex centróide apresentado na tabela 1 foi aplicado para avaliar o melhor solvente de eluição.

Os cálculos das concentrações foram realizados utilizando a equação $ABS = 0,0306Conc + 0,0123$ obtida por uma curva com pontos nas seguintes concentrações 0,1; 0,25; 0,5; 0,75; 1,0; 1,5 e 2,0 mgL^{-1} . A recuperação foi obtida pela razão das concentrações obtidas e esperadas.

É possível perceber através dos gráficos de contorno apresentados na figura 1 que a mistura de solventes ACN:MeOH 50:50 (v/v) proporcionaram um melhor recuperação dos analitos para todos os cartuchos. Os melhores resultados foram obtidos com os cartuchos com recheios de EPU e XAD 2

com 103,1 e 81,9 % de recuperação respectivamente.

Tabela 1. Planejamento de misturas centróide-simplex para estudo da composição do eluente na análise dos compostos fenólicos.

Proporção (%) componentes originais		% de Recuperação					
CH ₃ OH	H ₂ O	CH ₃ CN	Sx	C18	EPU	XAD2	XAD7
1	0	0	34,9	41,0	66,3	60,9	62,6
0	1	0	12,0	7,9	32,3	32,3	49,3
0	0	1	18,4	45,1	96,2	65,4	61,2
1/2	1/2	0	33,3	32,7	32,3	32,3	32,7
1/2	0	1/2	53,3	57,6	103,1	81,9	72,7
0	1/2	1/2	52,4	12,0	32,3	32,3	35,0
1/3	1/3	1/3	35,6	12,0	32,3	32,3	33,7

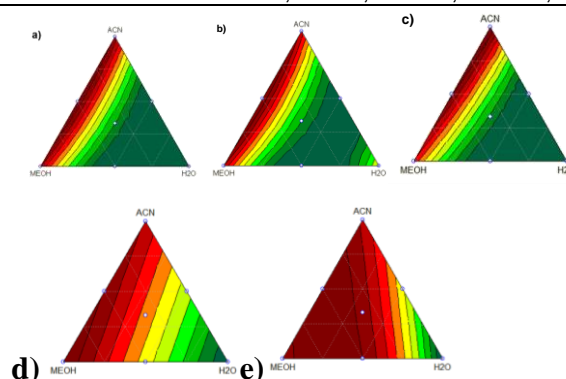


Figura 1: Gráficos de contorno – Planejamento simplex centróide aplicado à metodologia do Folin Ciocalteu **a)** XAD 2; **b)** XAD 7; **c)** EPU; **d)** C18; **e)** Strata X

Conclusões

A utilização de um planejamento de misturas na otimização do eluente na EFS de composto fenólicos mostrou-se um método rápido e eficiente na determinação das quantidades ótimas dos solventes utilizados

Agradecimentos

CNPq, CAPES, FAPESB

¹ Hennion, M. C. J. *Chomatogr. A.* **1995**, 856, 5..

² Singleton, V. L.; Orthofer, R.; Lamuela-raventós, R. M. *Methods in Enzymology A*, **1999**, 299, 152