

Efeito da temperatura na separação cromatográfica de compostos fenólicos em um UFLC.

Daniel Florêncio Filho^{1*} (IC); Pedro Kaynnan C. Barreto¹ (IC); Débora de Andrade Santana¹ (PQ); Gisele Olímpio da Rocha² (PQ); daniel_outros@hotmail.com

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;

Palavras Chave: resolução, cromatografia líquida, temperatura.

Introdução

É crescente a busca por metodologias de análise de compostos polifenólicos, pois presença de um anel aromático com um ou mais substituintes hidroxílicos, permite que os polifenóis sejam bons agentes redutores o que os tornam bons antioxidante. Largamente presentes na natureza, os polifenóis têm sido objeto de estudo de diferentes pesquisadores quem empregam técnicas cromatográficas.

O UFLC é uma técnica que permite reduzir o tempo de análise e o consumo de solventes, uma vez que utiliza uma coluna menor¹.

O sucesso no desenvolvimento de um método em cromatografia requer uma compreensão de como a separação é afetada pelas condições experimentais, Assim, nesse trabalho foram empregados os cálculos de Purnell¹, parâmetro que indica a qualidade da separação, na avaliação do efeito da temperatura na separação de 16 compostos fenólicos empregando um cromatógrafo líquido ultra rápido com detector de arranjo de diodos e fluorescência (UFLC-DAD-RF)

Resultados e Discussão

Uma solução mix de compostos fenólicos contendo os ácidos gálico, elágico, caftárico, sinápico, siringico, p-cumárico, vanílico, ferúlico, catequina, epicatequina, seringaldeído, resveratrol, coniferaldeído, miricetina e quercetina à 1,0 mg L⁻¹ foi injetada em cromatógrafo líquido de alta eficiência empregando-se uma coluna Shimadzu-Shim-pack XR-ODS (2,0X50mm, 2,2µm), sob gradiente com duas fases móveis solução de água:ácido acético (98:2 % v/v) e metanol: água: ácido acético (70:28:2 % v/v/v) para solvente A e B respectivamente.

A separação cromatográfica foi submetida a três diferentes temperaturas, 33, 30 e 27 °C e resultando no cromatograma apresentado na figura 1.

Considerando os resultados apresentados na tabela 1 é possível perceber que ao diminuir a temperatura os picos perdem resolução havendo além de co-eluições um aumento no tempo de retenção.

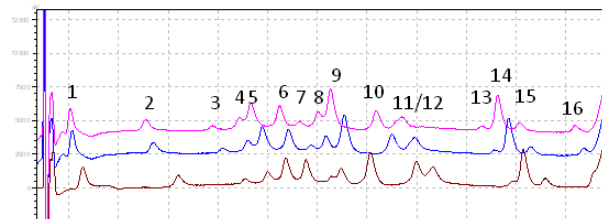


Figura 1. Cromatograma do mix de padrões a 280 nm em diferentes temperaturas 33°C (rosa); 30°C (azul); 27°C (marrom)

Tabela 1: Efeito da temperatura sob a resolução

#	Composto	Rs		
		33°C	30°C	27°C
1	Ác. Gálico	2,97	3,04	3,40
2	Ác. Caftárico	3,97	3,95	3,78
3	Catequina	1,27	1,13	1,07
4	Ác. Vanílico	0,56	0,70	0,75
5	Ác. Caféico	1,21	0,99	0,97
6	Ác. Siringico	1,12	1,49	1,59
7	Epicatequina	1,29	1,14	0,36
8	Seringaldeído	0,54	1,37	1,53
9	Ác. p-cumárico	1,75	1,85	1,81
10	Ác. Ferúlico	1,17	1,09	0,72
11	Ác. Sinápico	0,36	0,46	0,31
12	Coniferaldeído	5,48	5,72	6,06
13	Ác. Elágico	1,04	1,06	0,47
14	Resveratrol	0,98	1,29	1,50
15	Miricetina	3,16	3,10	2,69
16	Quercetina*	3,16	3,10	2,69

Conclusões

. Na otimização de métodos de análise por cromatografia objetiva-se um equilíbrio entre o menor tempo de análise e uma melhor resolução. Assim é possível concluir que dentre as temperaturas estudadas 30°C apresentou melhores resultados na separação dos 16 compostos fenólicos.

Agradecimentos

CAPES; CNPQ; FAPESB

¹ LANÇAS. Fernando M.; *Cromatografia líquida Moderna, HPLC/CLAE*. Campinas-SP. Editora Átomo, 2009..