



OTIMIZAÇÃO DA SEPARAÇÃO DE ISÔMEROS DE ÁCIDOS NITROBENZÓICOS RESULTANTES DA DIGESTÃO ÁCIDA DE MATERIAIS BIOLÓGICOS

Mário H. Gonzalez (PG)^{1,2}, Regina V. Oliveira (PQ)¹, Edenir R. Pereira Filho (PQ)^{1*}, Joaquim A. Nóbrega (PQ)¹, Ana Rita A. Nogueira (PQ)³

erpf@power.ufscar.br

¹Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP

²Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos SP

³Grupo de Análise Instrumental Aplicada, Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos, SP

Palavras Chave: ácidos nitrobenzóicos (NBA's), HPLC, ácidos diluídos, materiais biológicos, radiação microondas 0,05% ácido trifluoroacético como fase móvel, vazão de 1,0 mL min⁻¹ e $\lambda = 254\text{nm}$.

Introdução

Digestão ácida assistida por radiação microondas tem sido empregada para solubilização de minerais em uma diversidade de amostras quando a determinação é realizada por técnicas espectroanalíticas¹. Na literatura foram descritos vários compostos orgânicos como produtos de decomposição de amostras orgânicas em meio ácido, sendo que os isômeros do ácido nitrobenzóico (NBA) são os mais citados quando são digeridas amostras com altos teores de proteína. Os mecanismos de digestão podem ser descritos por meio da predominância de um ou outro isômero².

O objetivo deste trabalho foi avaliar quais variáveis são significativas durante o processo de extração desses isômeros em amostras com diferentes composições químicas e digeridas com diferentes concentrações ácidas, utilizando como resposta a recuperação dos isômeros para posterior quantificação por métodos cromatográficos.

Experimental

Na avaliação das condições de extração foi utilizado um planejamento fatorial fracionário 2⁴⁻¹ (8 experimentos). As seguintes variáveis foram estudadas: concentração de padrão interno (1 e 5 mg L⁻¹) e do HNO₃ (2 e 14 mol L⁻¹), tempo de agitação (1 e 2 min) e forma de extração (única e contínua). Na execução dos experimentos foram utilizadas soluções dos brancos analíticos de 2 e 14 mol L⁻¹. Nessas soluções, foram adicionadas soluções dos três isômeros *o*-, *m*- e *p*-NBA (5 mg L⁻¹ cada). A resposta avaliada foi a área e a recuperação dos isômeros. A separação cromatográfica foi realizada em uma coluna C₁₈ (250 × 4,6 mm, 5 µm), com H₂O:acetonitrila:metanol (75:20:5) +

Resultados e Discussão

A partir do planejamento foi possível observar que as variáveis que se mostraram significativas com 95% de confiança foram a concentração de padrão interno e a concentração da solução ácida (Figura 1).

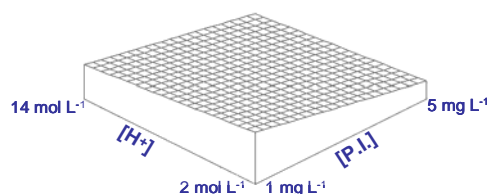


Figura 1. Gráfico de superfície de Resposta

As demais variáveis (tempo de agitação e forma de extração) se mostraram indiferentes. Já com a utilização de ácido mais diluído e menor concentração do padrão interno foi possível obter um sinal analítico maior. Os valores otimizados foram: concentração de padrão interno - 1 mg L⁻¹; tempo de agitação - 1 min; extração única e concentração ácida.

Conclusões

O emprego de planejamento fatorial permitiu a definição das melhores condições de extração dos compostos presentes nos resíduos, com pequeno número de experimentos. A metodologia proposta pode ser empregada para elucidação dos mecanismos de reações através da quantificação de cada isômero do ácido nitrobenzóico.

Agradecimentos

À FAPESP, CAPES, CNPq

[1] Labuto, G.C.L. et al., Spectrochim. Acta B, 57 (2002), 2121.

[2] Pratt, K.W. et al., Anal. Chem. 60 (1988), 2024.