

# Planejamento fatorial aplicado na separação cromatográfica (HPLC) de formaldeído, acetaldeído e acetona

José Carlos P. Penteado (PQ) \*, Marcelo L. A. Lopes (PG), Lilian Rothschild (PQ)  
\*jocapen@yahoo.com

Instituto de Química - Universidade de São Paulo, SP, Brasil

Palavras Chave: aula experimental, técnica de separação, quimiometria

## Introdução

A separação completa dos componentes na matriz por cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC), muitas vezes, é difícil devido à tendência de substâncias com polaridades semelhantes coeluírem. Vários parâmetros relacionados com a fase móvel e a fase estacionária podem ser investigados para melhorar a resolução cromatográfica<sup>1</sup>. O planejamento fatorial permite avaliar os efeitos combinados de duas ou mais variáveis em uma separação cromatográfica<sup>2</sup>. Esse método quimiométrico aplicado a experimentos de HPLC é interessante para aplicações didáticas, uma vez que permite explorar, de modo rápido e eficiente, as variáveis que afetam uma separação.

O presente trabalho tem como objetivo usar o planejamento fatorial ( $2^2$ ) com triplicata de ponto central para avaliar a porcentagem do solvente orgânico ( $X_1$ ) e o fluxo da fase móvel ( $X_2$ ) na separação de acetaldeído, formaldeído e acetona. Esses compostos carbonílicos, comumente presentes no ar, são considerados prejudiciais à saúde e ao ambiente.

Tabela 1. Efeitos combinados das variáveis estudadas pelo planejamento fatorial.

Ensaio	Fluxo (mL/min)	ACN (%)	$X_1$	$X_2$
a	1,5	90	+	-
b	0,9	90	-	-
c*	1,3	73	0	0
d	0,5	55	-	+
e	1,5	55	+	+

\* n = 3

Foram realizados 5 ensaios variando % de acetonitrila (ACN) e fluxo da fase móvel (Tabela 1). A água/ACN e o fluxo foram selecionados para esse estudo, pois são variáveis que podem ser facilmente modificadas por estudantes de graduação com um custo baixo. Além disso, os experimentos podem ser realizados dentro de um período de aula de laboratório (2 h), pois os três solutos são eluídos em tempos relativamente curtos. Os compostos foram separados por

cromatografia a líquido em fase reversa (coluna C18) com detecção UV-vis, empregando a 2,4-dinitrofenil-hidrazina como agente derivatizante.

## Resultados e Discussão

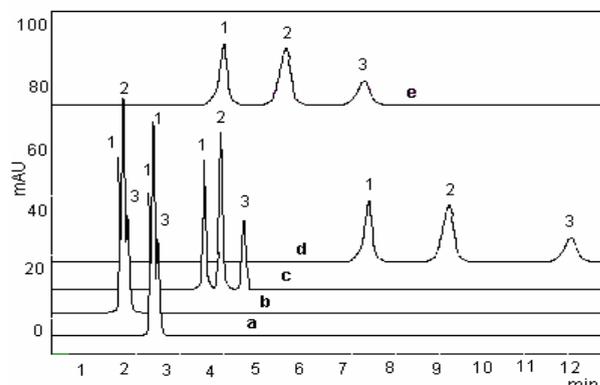


Figura 1. Cromatogramas dos ensaios a, b, c, d, e (1- formaldeído, 2: acetaldeído, 3: acetona).

Através da Figura 1 é possível observar que (i) nos ensaios a e b, ocorre uma coeluição dos carbonílicos, evidenciando que a diminuição do fluxo não afeta a separação; (ii) nos ensaios d e e, o aumento da polaridade da fase móvel promove a separação, porém o tempo de análise é relativamente longo (12 e 8 min, respectivamente); (iii) no ensaio c (o ponto central) realizado com valores intermediários de polaridade e fluxo, ocorre a separação com uma resolução cromatográfica ótima e com um tempo de análise curto (6 min).

## Conclusões

Em uma aula experimental, é possível ilustrar conceitos sobre separação cromatográfica e resolver problemas de coeluição ou má resolução através de um planejamento fatorial.

CNPq

<sup>1</sup> Snyder, L.R.; Kirkland, J.J.; Glajch, J.L. *Practical HPLC Method Development*, 2 ed.; Wiley-Interscience, NY, 1997.

*Sociedade Brasileira de Química – SBQ*

<sup>2</sup> Neto, B.B.; Scarmínio, I.S.; Bruns, R.E; *Planejamento e Otimização de Experimentos*, 3 ed, UNICAMP, Campinas, 2001