

Avaliação da eficiência da sílica quimicamente modificada C-18 elaborada em laboratório

Daniel de Melo Silva (PG)¹, Edjane V. Pires (PQ)¹, Milena Duarte Lima (PG)¹, Ana Lucila dos Santos Costa (PG)¹, Karlos Antônio L. R. Júnior (PG)¹, Antônio Euzébio G. Sant'Ana (PQ)¹

¹ Instituto de Química e Biotecnologia- IQB - Universidade Federal de Alagoas- UFAL, Laboratório de pesquisa em recursos naturais -LPqRN, - Maceió - AL, CEP: 57072-970 e-mail: aegs@qui.ufal.br

Palavras Chave: sílica C18, controle de qualidade.

Introdução

Atualmente muitas fases estacionárias quimicamente ligadas são usadas em cromatografia líquida, seja na separação de substâncias em laboratórios de química como em centrais analíticas no preparo de amostras empregando extrações de fase sólida. O intuito deste trabalho foi elaborar e avaliar a eficiência da sílica modificada com o polímero poli(metiloctadecilsiloxano) – PMODS, a fim de diversificar as opções de separação e reduzir custos nos laboratórios acadêmicos e de pesquisa.

Resultados e Discussão

A sílica quimicamente modificada com o polímero PMODS (C-18) foi obtida por meio de metodologia adaptada (TONHI et al, 2002), empregando diferentes granulometrias de sílica: gel de sílica 60 (230-400 mesh) e gel de sílica CCD.

A avaliação das fases estacionárias preparadas em nosso laboratório (Sil_{LAB} C-18) foi realizada por comparação com a obtida industrialmente (Sil_{IND} C-18).

As fases estacionárias foram compactadas em cartuchos de extração em fase sólida (EFS) e condicionadas com diclorometano (DCM).

Para este estudo foram preparadas misturas de sete substâncias padrões na concentração de 1mg/ml solubilizadas em DCM (ver tabela 1). Procuramos usar no estudo substâncias de ocorrência freqüente em óleos vegetais, a identificação destas substâncias foi feita por CG-EM.

Após aplicação da mistura padrão foram eluídas duas frações: hexano (F1) e DCM (F2).

Os cromatogramas da mistura padrão mostraram separações semelhantes em ambas fases estacionárias, **figura 1**, em ambos os solventes hexano e DCM respectivamente.

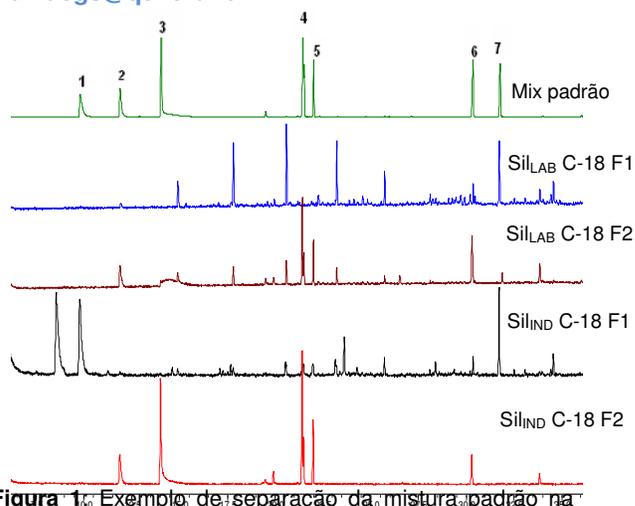
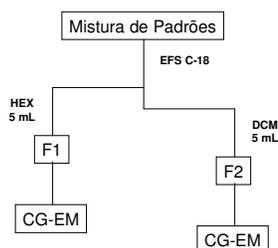


Figura 1- Exemplo de separação da mistura padrão na sílica laboratorial (Sil_{LAB} C-18) e na industrial (IND C-18).

Tabela 1- Avaliação da eficiência da sílica C-18 laboratorial.

Padrões	Recuperação (Sil _{IND} C-18)	Recuperação (Sil _{LAB} C-18)
1- S(-) Limoneno	F1	-
2- Linalol	F2	F2
3- Nonanol-1	F2	F2
4- α- ionona	F2	F2
5- Geraniol acetona	F2	F2
6- Benzoquinolina	F2	F2
7- Etilcarbazol	F1	F1

Conclusões

O uso de fases estacionárias apolares como C-18 é uma ótima alternativa para solucionar problemas de separação de substâncias polares; no entanto enfrenta o obstáculo de possuir um custo elevado. Assim sendo a otimização da preparação e controle deste tipo de fase estacionária em qualquer tipo de laboratório vem a reduzir custos e ampliar as alternativas de separação.

Agradecimentos

CAPES, CNPq, FINEP, FAPEAL

- TONHI, E.; COLLINS, K. E.; JARDIM, I. C. S. F.; COLLINS, C. H.;
Química Nova v.25, p. 616, 2002.