

Explorando a cromatografia líquida de injeção seqüencial como ferramenta no ensino dos fundamentos dos métodos de separação: Um experimento muito rápido

José C. P. Penteado* (PQ), Jorge C. Masini (PQ) jocapen@iq.usp.br

Instituto de Química, Universidade de São Paulo, C.P. 26077, 05513- 970, São Paulo, SP

Palavras Chave: cromatografia líquida, pK_a , coluna monolítica, fase reversa.

Introdução

A cromatografia líquida por injeção seqüencial (SIC) consiste em uma técnica analítica que evoluiu da injeção seqüencial (SIA) aplicada na determinação de vários compostos através das separações cromatográficas¹. A SIC apresenta principalmente como diferencial a rapidez e o custo reduzido em relação aos equipamentos para cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE). Para aumentar o desempenho da metodologia SIC tem-se empregado colunas de fase reversa monolíticas. Essas colunas monolíticas são formadas por um único pedaço de sílica porosa (monolito), proporcionando baixa pressão no sistema, diferentemente das colunas convencionais empacotadas com partículas esféricas.

Neste trabalho avaliou-se a separação de aditivos alimentares (ácido sórbico e vanila) submetido a diferentes fases móveis (polaridade e pH) através do planejamento fatorial² empregando somente uma pré-coluna de 10 x 4,6 mm (Merck KGaA Darmstadt, Alemanha) como fase estacionária (Tabela 1).

Tabela 1. Planejamento fatorial dos experimentos na separação de ácido sórbico e vanila.

	a	b	pH	% ACN
1	-	-	3	5
2	+	-	5	5
3	-	+	3	15
4	+	+	5	15
5	0	0	4	10

a, b – fatores de pH e % ACN.

As separações foram realizadas com fases móveis constituídas por acetonitrila (ACN) em tampão fosfato de amônio 5 mmol L⁻¹ com detecção espectrofotométrica (λ_1 254 nm para ácido sórbico e λ_2 280 nm para vanila).

Resultados e Discussão

A separação dos componentes foi possível com tempo menor que 50s (Figura 1), além da simples distinção através da absorção molecular dos analitos. O pH foi o fator mais significativo na mudança dos tempos de retenção (t_R) do ácido

sórbico, devido ao equilíbrio na forma protonada e não protonada (ácido sórbico pK_a 4,76). Dentro dos valores de pH estudados a vanila (pK_a =7,38) manteve inalterado seu tempo de retenção (– - ou ++).

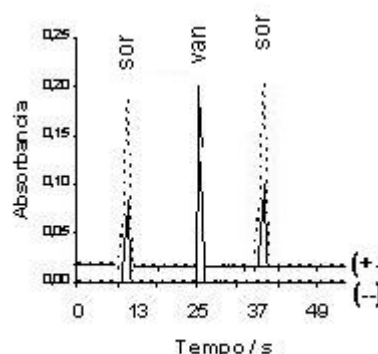


Figura 1. Cromatografia de injeção seqüencial empregando as fases móveis (--) e (+-) na separação de ácido sórbico (sor) e vanilina (van).

Por outro lado, a baixa polaridade mostrou ter efeito negativo na separação dos aditivos ácido sórbico e vanila. A alta concentração de ACN (15% ACN) diminui a interação dos solutos com a fase estacionária, deslocando para o volume morto.

Conclusões

Este experimento proposto apresenta uma abordagem didática ao explorar fundamentos da química na separação analítica com a vantagem de sua rapidez.

Agradecimentos

CNPq, FAPESP, Merck

¹ Satinsky, D.; Neto, I.; Solich, P.; Skalenarova, H.; Conceição, M.; Montenegro, B. S. ; Araujo, A.N., *J. Sep. Scie*, **2004**, 27, 529-536

² Joseph, S.M.; Palosota, J.A., *J. Chem. Educ.*, **2001**, 78, 1381-1383.