

QFL 5736 Extração em fase sólida: Princípios aplicações e Tendências

Experimento 1 – Mecanismos de Retenção – Fase Reversa e Fase Normal

Materiais:

Dispositivo de SPE por pressão reduzida

Cartuchos comerciais de C18 em matriz polimérica ou sílica

Sílica

Cartuchos de SPE vazios, adaptadores e seringas

Vermelho de alizarina 0,2% em água (AR)

Azul de Timol 0,2% em metanol (TB)

Betacaroteno (conteúdo de 3 comprimidos dissolvidos em 3 mL de n-hexano : isopropanol (3:1)

Azul de Timol 0,05 % em metanol (TB) em n-hexano : isopropanol (3:1)

Soluções Metanol : H₂O nas seguintes proporções volumétricas: 10:90, 20:80, 40:60, 60:40 e 80:20

Solução de n-hexano : isopropanol (3:1)

Procedimentos:

Parte 1 - Retenção de corantes em sílica

- 1- Preencha 3 cartuchos vazios de SPE com sílica (~1 cm de coluna) e coloque uma pequena quantidade de algodão no topo da coluna.
- 1- Com auxílio de uma pipeta, um adaptador e uma seringa, condicione a coluna com 1- 2 mL da solução 3:1 de n-hexano: isopropanol (~1 gota s⁻¹). Não deixe secar. Mantenha cerca de 1 mm de líquido acima do leito do sorvente.
- 2- Aplicar 100 µL de solução de betacaroteno
- 3- Lavar com a solução de n-hexano : isopropanol (3:1) - duas porções de 500 µL, recolhendo o eluato em tubos separados. Aqui pode deixar secar.
- 4- Eluir com 2 porções de 500 µL de metanol puro, recolhendo o eluato em tubo separado
- 5- Repetir para o Azul de Timol
- 6- Repetir para a mistura de betacaroteno e azul de timol
- 7- Tratar os eluatos com uma gota de NaOH 1 mol L⁻¹.

Parte 2 – Retenção de corantes em C18

Parte 2.1 – Vermelho de Alizarina (AR)

- 2- Montar o dispositivo de SPE com cuba para coletar os solventes.

- 3- Condicionar um cartucho com metanol (2mL) e depois H₂O (encher o cartucho) – Nesta etapa, não deixe a coluna secar. Mantenha cerca de 1 mm de líquido acima do leito do sorvente.
- 4- Aplicar no topo da coluna 100 µL de AR e suspender com água.
- 5- Eluir com água ligando a bomba de vácuo (pode secar)
- 6- Lavar com água
- 7- Troque a cuba pelo suporte de tubos de ensaio no sistema de SPE
- 8- Eluir com: (1) solução de 10:90 MeOH/H₂O (2mL), (2) solução 20:80 MeOH/H₂O (2mL), (3) solução 40:60 MeOH/H₂O (2mL), (4) solução 60:40 MeOH/H₂O (2mL), (5) solução 80:20 MeOH/H₂O (2mL), (6) com metanol puro (2mL)
- 9- Observar os tubos e tratar cada uma das soluções com 1 gota de NaOH 1 mol L⁻¹

Parte 2.2 – Azul de Timol (TB)

- 1- Recondicionar o cartucho do mesmo modo descrito na parte 1
- 2- Repetir o experimento usando TB

Parte 2.3 – Mistura AR + TB

- 1- Recondicione o cartucho
- 2- Aplique a mistura de AR e TB (1:1) e repita os procedimentos usando as soluções 10:90, 20:80, 40:60, 60:40, 80:20 e metanol puro.
- 3- Adicione 1 gota de NaOH 1 mol L⁻¹ em cada tubo e observe

Questionário

Pesquise as estruturas e propriedades físico-químicas dos compostos estudados, bem como a polaridade dos solventes e sorventes. A partir dessas informações, explique os fenômenos observados neste experimento.

Referência:

Mary E. O'Donnell, Beata A. Musial, Stacey Lowery Bretz, Neil D. Danielson, Diep Ca, Investigating the Retention Mechanisms of Liquid Chromatography Using Solid Phase Extraction Cartridges. *Journal of Chemical Education* 86 (2009) 60 - 63