

# Separação de Hidrocarbonetos Alifáticos e Aromáticos por CFG utilizando a fase estacionária OV-275 a diferentes temperaturas

Júlio Lopes Rodrigues <sup>a</sup>  
 M. Teresa Vilhena <sup>a</sup>  
 Eva Jacobsohn Raposo <sup>a</sup>

## INTRODUÇÃO

Diversos produtos de interesse industrial são constituídos por misturas de hidrocarbonetos aromáticos e alifáticos e podem ser utilizados quer como solventes, diluentes ou com outras funções. As indústrias de tintas, vernizes e produtos afins bem como de detergentes, têxteis, etc., aplicam estes produtos.

Em estudos anteriores [1,2] utilizou-se, para a separação de hidrocarbonetos aromáticos em "hexano", respectivamente colunas com os enchimentos de Porapak Q e de OV-275 a 10% sobre Chromosorb P AW.

No presente trabalho, estudou-se a separação de um maior número de hidrocarbonetos aromáticos e alifáticos (n-alcenos) por cromatografia em fase gasosa (C.F.G.), utilizando uma coluna com a fase líquida OV-275 a 20% sobre Chromosorb P AW-DMCS e a influência da temperatura na separação destes compostos.

## PARTE EXPERIMENTAL

### Equipamento

— Cromatógrafo de fase gasosa Varian 3700 equipado com detector de ionização de chama  
 — Registador-Integrador Hewlett Packard 3390-A

### Reagentes

— n-alcenos, de metano (C<sub>1</sub>) a n-hexadecano (n-C<sub>16</sub>)  
 — hidrocarbonetos aromáticos: benzeno, tolueno, etilbenzeno, o-xileno, m-xileno, p-xileno, cumeno, pseudocumeno, mesitileno

### Coluna cromatográfica

Fase líquida OV-275 a 20% sobre Chromosorb P AW-DMCS, 80-100 "mesh", em tubo de aço inox de 2 m x 1/8" (3,17 mm).

O enchimento da coluna foi preparado por diluição da fase líquida em acetona, adição do suporte seguida de evaporação do solvente a pressão reduzida em evaporador rotativo. O enchimento preparado foi colocado no tubo de aço, previamente lavado, com auxílio de funil e vibração.

### Condições operacionais

Azoto: 10 cm<sup>3</sup> min<sup>-1</sup>  
 Caudais dos gases Ar: 400 cm<sup>3</sup> min<sup>-1</sup>  
 Hidrogénio: 30 cm<sup>3</sup> min<sup>-1</sup>

Temperatura do injetor: 170°C  
 Temperatura do detector: 170°C

Temperaturas do forno: 100°C  
 125°C  
 150°C  
 170°C

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

### Variação do índice de retenção função da temperatura

Após condicionamento da coluna, determinaram-se, com base nos tempos de retenção dos n-alcenos, os índices de retenção dos diferentes hidrocarbonetos aromáticos. Na Tabela 1 figuram os valores dos índices de retenção obtidos às temperaturas de 100°C, 125°C, 150°C e 170°C.

**TABELA 1**  
 Índices de retenção função da temperatura

Temperatura	100°C	125°C	150°C	170°C
Composto				
Benzeno	1200	1259	1323	1391
Tolueno	1278	1344	1405	1471
Etilbenzeno	1341	1411	1474	1543
m-Xileno	1350	1423	1477	1546
p-Xileno	1347	1419	1474	1543
o-Xileno	1409	1491	1553	1625
Cumeno	1361	1437	1488	1559
pseudocumeno	1467	1553	1610	1690
mesitileno		1478	1529	

Pela análise desta tabela pode-se verificar que o benzeno apresenta um índice de retenção igual ao do n-dodecano (n-C<sub>12</sub>) enquanto que a 150°C este valor é ligeiramente superior ao do n-tridecano (n-C<sub>13</sub>) e a 170°C ligeiramente inferior ao do n-tetradecano (n-C<sub>14</sub>). Aumentos semelhantes dos índices de retenção se verificam para os restantes hidrocarbonetos aromáticos.

O aumento do índice de retenção, com o aumento da temperatura, nos compostos aromáticos é muito marcado nesta coluna. Facto idêntico encontra-se descrito por diferentes autores [3,4], especialmente com fases polares.

<sup>a</sup> LNETI — Departamento Central de Estudos e Análises Industriais, Azinhaga dos Lameiros, 1600 Lisboa.

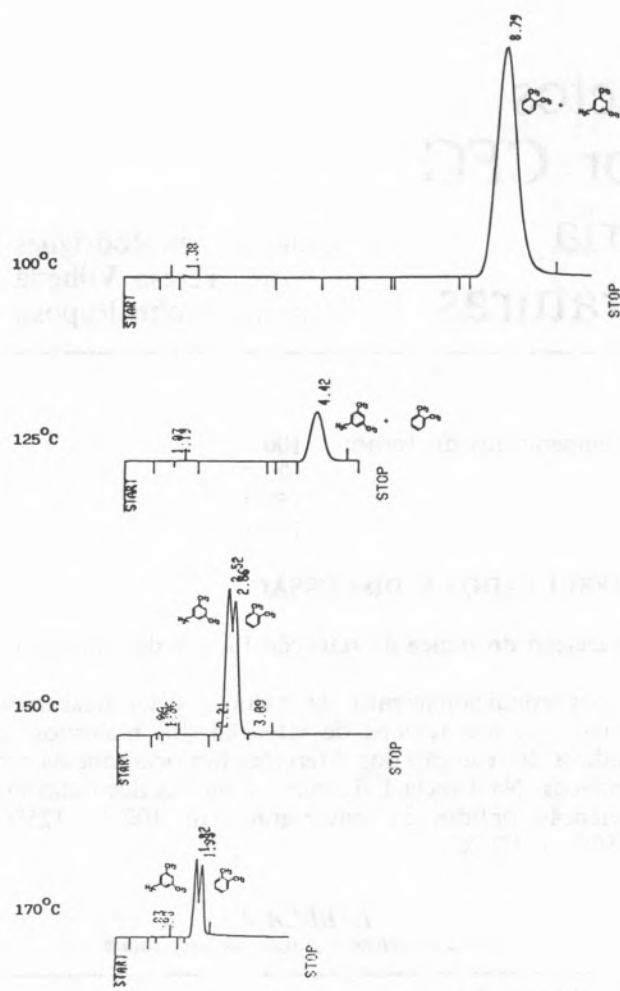


FIGURA 1  
Cromatograma da mistura de mesitileno e o-xileno às temperaturas de 100°C, 125°C, 150°C e 170°C

**Separação por CFG de mesitileno e o-xileno em função da temperatura**

A fim de estudar melhor o comportamento da coluna de OV-275 face à variação da temperatura foram escolhidos os hidrocarbonetos o-xileno (1,2-dimetilbenzeno) e mesitileno (1,3,5-trimetilbenzeno) para analisar a influência deste parâmetro na separação cromatográfica, quando injectados separadamente e em mistura. Na Tabela 2 apresentam-se os valores dos tempos de retenção obtidos respectivamente a 100°C, 125°C, 150°C e 170°C.

**TABELA 2**  
Tempos de retenção (em minuto), de mesitileno e o-xileno a diferentes temperaturas

Temperaturas	Mesitileno	o-Xileno
100°C	8,87	8,80
125°C	4,35	4,50
150°C	2,52	2,66
170°C	1,82	1,99

Verifica-se que o tempo de retenção do mesitileno é superior ao do o-xileno a 100°C, havendo inversão desta ordem às outras temperaturas. Na Figura 1 estão representados os cromatogramas obtidos com a mistura dos dois hidrocarbonetos, às temperaturas em estudo. A mistura destes dois hidrocarbonetos não se resolve nos seus componentes a 100°C e a 125°C, enquanto que a 150°C se esboça separação, que melhora a 170°C.

**Análise de amostras de “White Spirits”**

Como aplicação do método desenvolvido efectuou-se a análise de amostras de “White Spirits”, apresentando-se na Figura 2 dois cromatogramas de uma amostra a duas temperaturas. A análise destes cromatogramas permite verificar que o pico com o tempo de retenção 5,4 min (125°C) se resolve em dois picos a 150°C.

**Referências**  
[1] Rodrigues, J.L.; Vilhena, M.T.; Raposo, E.J., 8.º Encontro da S.P.Q., C 133. Universidade do Minho, Braga (1985)  
[2] Rodrigues, J.L.; Raposo, E.J.; Vilhena, M.T., 10.º Encontro da S.P.Q., A-20. Universidade do Porto, Porto (1987)  
[3] Jennings, W., *Gas Chromatography with glass capillary columns*, Academic Press., New York (1973)  
[4] Tranchant, J., *Manuel Pratique de Chromatographie en fase gazeuse*, 3.ª Ed., Masson, Paris (1982)

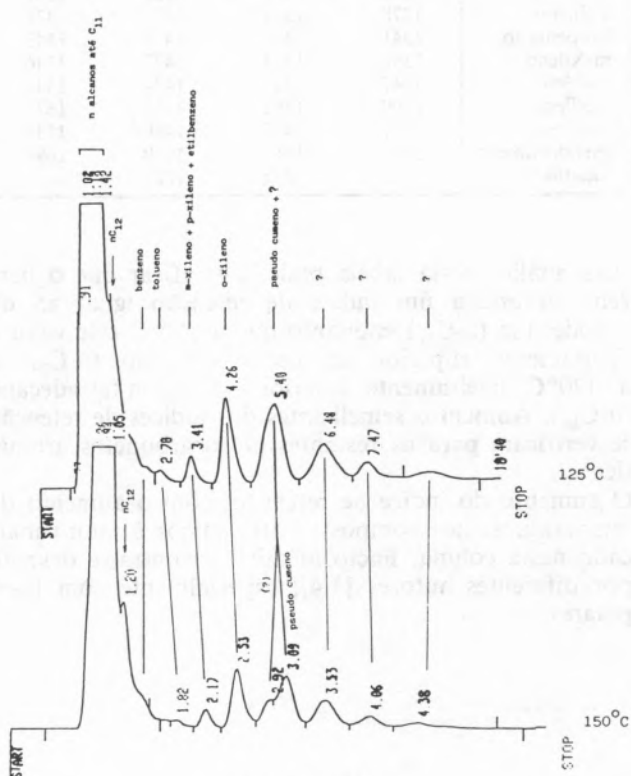


FIGURA 2  
Cromatogramas de “White Spirits” às temperaturas de 125°C e 150°C