

RECUPERACION DE SILICA PARA CROMATOGRAFIA EN COLUMNA

Willy J. Rendón P.

Departamento de Química, Facultad de Ciencias Puras y Naturales, Universidad Mayor de San Andrés, Campus Universitario, Calle 27, Casilla de Correo 303, La Paz – Bolivia.

Key words: Silica Gel, Inga ingoides Willd, silica regeneration, column chromatography.

RESUMEN

La recuperación de Sílica Gel (60-200 mesh) J.T.Baker para cromatografía en columna fue realizada por calcinación de residuos orgánicos, lavado con agua y activación final a 110°C, luego de haber contaminado con extracto alcohólico de la especie botánica Inga ingoides Willd. Con este proceso se logró, la obtener capacidades de separación de hasta el 50 % respecto de una sílica gel nueva, esto es después de haber contaminado la Sílica con un 25 % de material orgánico.

Palabras clave: Sílica Gel, Inga ingoides Willd, regeneración de sílica, columna cromatográfica.

ABSTRACT.

The Silica gel (60-200 mesh) J.T.Baker for column chromatography has been recovered by heating, washing with water and final activation at 110°C, after it has been contaminated with an alcoholic extract of Inga ingoides Willd. Under this process, 50 % of separation capacity were achieved respect to a new sílica gel, after a contamination of 25% with organic material.

INTRODUCCION

Entre las técnicas de separaciones, frecuentemente usadas por investigadores y químicos analíticos, se encuentran las

cromatografías, los mismos que usan diferentes clases de soportes como: Alúmina, Sílica Gel, Celosa, Poliamidas, etc. Estos soportes después de ser usados, son desechadas sin el menor reparo, sin embargo muchos laboratorios no siempre cuentan con los recursos económicos suficientes y necesarios para la adquisición de dichos materiales, ya que las técnicas de purificación y aislamiento requieren cantidades considerables de los mismos, provocando en consecuencia la imperiosa necesidad de contar con recursos económicos que les permita renovar constantemente la cantidad necesaria de dichos

materiales, ya que estos son usados en los procesos de separaciones, aproximadamente 1 Kg de Sílica Gel por 30 g de muestra (1, 2, 3), aunque en ocasiones esta relación puede variar de acuerdo con los criterios del investigador o el químico analítico (4, 5, 6).

El uso frecuente de estos materiales nos hizo pensar en recuperar el material usado, como es el caso de la Sílica Gel para cromatografía en columna, a través de métodos físicos como es la calcinación (7), este método nos permitirá eliminar el material orgánico retenido en la superficie del sólido (soporte), después de haberse usado en la cromatografía separando, purificando o percolando las muestras provenientes de extractos vegetales o de síntesis.

PARTE EXPERIMENTAL

Preparación de la muestra testigo

Se pesa 3,5 mg de tinta Pilot BP-S FINE la que se disuelve en 3 ml de una solución compuesta de tres líquidos: n-butanol, EtOH, NH₄OH 2N (3:1:1), (8).

Preparación de la columna cromatográfica

Se toma 1 g de Sílica Gel (60-200 mesh) J.T.Baker nueva o procesada (recuperada) y se deposita en una columna de vidrio de 8 mm x 125 mm y se humedece el soporte con el eluyente n-BuOH, EtOH, NH₄OH 2N (3:1:1).

Contaminación de la Sílica Gel.

La Sílica Gel se contamina con una cantidad porcentual de muestra orgánica (0; 5; 10; 25; 50; 75; 100 %) de la relación 1 g de muestra/ 30 g de Sílica Gel, pesando el residuo seco del extracto alcohólico de la especie botánica Inga Ingoides Willd (0; 0,0137; 0,0190; 0,0506; 0,1012; 0,1575; 0,2067 g) luego disolviéndolo en 10 ml de alcohol comercial con la que contaminamos 6 g de Sílica Gel. Secamos en condiciones ambientales antes de proceder a la calcinación (7).

Calcinación de la Sílica contaminada.

Las Sílica Gel contaminadas y secas son introducida en una mufla, en las que son calcina a 600 °C durante 18 horas.

Lavado de la Sílica gel.

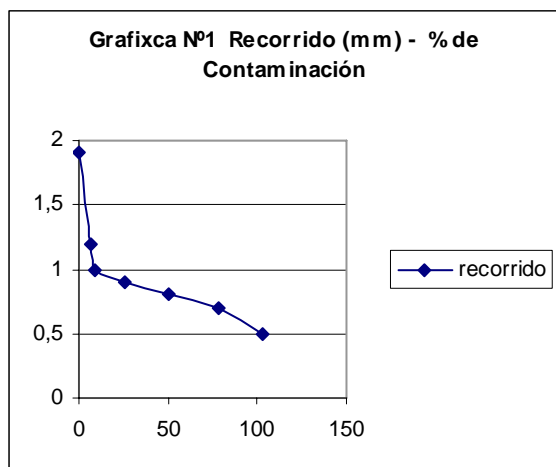
Las muestras de Sílica Gel calcinadas, enfriadas se procede al lavado en 4 etapas con 100 ml de agua destilada, secada y activada a 110 °C durante 3 h.

Sembrado y cromatografiado.

A 1 g de Sílica Gel calcinadas, lavada y activada, así como una nueva son depositadas en una columna de vidrio (8 mm x 125mm), el soporte se humedece con el eluyente n-BuOH, EtOH, NH₄OH 2N (3:1:1), sobre la Sílica Gel humedecida se siembra 4 gotas de la solución de tinta PILOT BP-S FINE , una vez sumergida la muestra en el soporte se añade 1,5 ml de eluyente, y una vez concluida la corrida cromatográfica de las seis muestras y una de Sílica Gel sin contaminación, se procede a la medición de los recorridos de las dos sustancias bajo una lámpara de luz UV. de Longitud de onda corta.(Tabla N° 1),(Gráfica N° 1)

Tabla 1. % de muestra (M) orgánica – distancia de recorrido (Rec) de las sustancias rojo (R) y amarillo (A).

% de M	0	6,9	9,5	25,3	50,6	78,7	103,4
Rec mm							
R mm	3,4	3,2	3,0	3,0	2,8	3,2	2,7
A mm	1,5	2,0	2,0	2,1	1,9	2,3	2,2
Distancia R-A mm	1,9	1,2	1,0	0,9	0,8	0,7	0,5



DISCUSIÓN Y CONCLUSIÓN

Generalmente las mezclas complejas provenientes de extractos vegetales y productos de síntesis son necesariamente separadas en sus componentes individuales, para esto, son sometidas a procesos cromatográficos, muchos de los compuestos que forman las mezclas complejas son retenidas por fenómenos de adsorción en la superficie de los soportes unos más que otros, haciendo imposible la eliminación de las sustancias adheridas a los sólidos, aunque muchos tratan de recuperar el total del material cromatografiado algunos logran recuperar el 94 % de la muestra (3).

La recuperación de la Sílica Gel se realiza usando el método de la calcinación eliminando el material orgánico retenido quedando después de este proceso, el material inorgánico junto a la Sílica Gel que al ser lavada con agua destilada son eliminados, secada y activada, se ve en la Gráfica N° 1 como con una contaminación del 25,3 % la Sílica recuperada, puede aun separar (0,9 mm) las dos sustancias roja y amarilla notándose que el recorrido de las dos muestras presentan un 50 % de la diferencia de recorrido de la Sílica sin contaminación (1,9 mm).

La separación de las dos sustancias, igual a la que produce la Sílica sin contaminación, se podría lograr usando el doble de la cantidad de la Sílica recuperada cuando fue contaminada con el 25,3 % de material orgánico.

El Gráfico nos permite observar claramente que la Sílica puede ser usada repetidas veces, lográndose de esta manera economizar los gastos en la adquisición de la Sílica Gel para cromatografía en columna.

AGRADECIMIENTO

Al Dr Edgar A. Coronel C. por sus valiosas sugerencias.

BIBLIOGRAFÍA.

1. Ilias Mamad. *Phytochemistry* 59 (2002) 105-110.
2. M. Buttiner, D.S. Bhakuni., *Revista latinoamericana de Química*. Vol 4/1. 8-14. (1973).
3. J.C. Meng. *Phytochemistry* 58 (2001) 1141-1145.
4. Louis F. Fieser. *Experimentos de Química Orgánica*. Editorial Reverte S.A.; Barcelona España 1967. pag 107.
5. Kayoko Miura, Hiroe Kikuzaki. *Phytochemistry* 58 (2001) 1171-1175.
6. Samur A.M.; *Phytochemistry* 58 (2001) 1135-1139.
7. IBNORCA.; Norma Boliviana. NB 664.
8. Abbott David, Andrews R.S.; *Introducción a la Cromatografía*; Editorial Alambra, España,1973, pags. 106, 116.