

## Caracterização cromatográfica da fase estacionária capeada de poli(metil-3,3,3-trifluorpropilsiloxano) sobre sílica.

Claudio C. Ferreira<sup>1</sup> (PG) e Isabel C.S.F. Jardim<sup>1</sup> (PQ)\*.

\*icsfj@iqm.unicamp.br

<sup>1</sup>Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas, CP 6154, 13083-970 Campinas, SP.

Palavras Chave: colunas, fase estacionária fluorada, capeamento, caracterização cromatográfica.

### Introdução

Entre os vários componentes que constitui um cromatógrafo a líquido, a coluna, talvez, seja o mais importante. Um boa coluna apresenta eficiência alta, estabilidade química em pH extremos, proporciona picos simétricos, resolução adequada e baixo tempo de análise. Visando alcançar tais características, nosso grupo de pesquisa, desenvolveu no Laboratório de Pesquisa em Cromatografia Líquida (LabCrom) colunas recheadas com fases estacionárias (FE) a base de sílicas tipo B, de 5  $\mu\text{m}$ , imobilizadas com polissiloxanos. Estas FE, em comparação com as fases quimicamente ligadas, são de preparo mais fácil e rápido, de menor custo e podem ser usados diversos tipo de polímeros, gerando colunas de seletividades diferentes.<sup>1</sup> As FE baseadas no polímero poli(metil-3,3,3-trifluorpropilsiloxano) (PMTFS) têm comportamento diferenciado, devido aos átomos de flúor ligados à cadeia alquila, apresentando vantagens como a boa adequação para análise de compostos polares e básicos, o que é de extrema relevância e quando submetidas ao processo de capeamento maximizam este potencial.<sup>2</sup>

O preparo da FE sorvida baseou-se no trabalho de Maldaner e Jardim<sup>2</sup>. A FE Si(PMTFS) foi submetida à reação de capeamento com trimetilclorossilano (TMC) e hexametildissilazano (HMDS) em tolueno, mantendo sob refluxo por 48 horas à 110 °C. A FE capeada foi lavada e seca. A coluna foi recheada com esta FE a uma pressão de 38 MPa, usando a bomba Haskel.

### Resultados e Discussão

Testes prévios demonstraram que a coluna recheada com a FE capeada apresentou bom desempenho cromatográfico, com eficiência de 79900 N/m para o naftaleno, 82900 N/m para o acenafeno e fator de assimetria para N, N-dimetilanilina, um composto básico, próximo a 1,0 e tempo de análise de 8 minutos. Esta coluna também foi submetida aos testes de Tanaka e colaboradores<sup>3</sup> que utilizam 4 misturas que fornecem informações, respectivamente, a respeito da seletividade estérica e metilênica, capacidade de ligação de hidrogênio e troca iônica em meio ácido e básico. Aplicando este teste nas FE fluoradas e capeadas verificou que ao usar a mistura A, uracila, butilbenzeno, pentilbenzeno, o-terfenila e trifenileno,

os fatores de separação do butilbenzeno e pentilbenzeno de  $\alpha_{\text{CH}_2=1,2}$  e de  $\alpha_{\text{T/O}=1,3}$  entre o trifenileno e o o-terfenil mostraram, respectivamente, que a FE tem capacidade para separar compostos que se diferenciam entre si pelo grupo metila e pela sua configuração espacial. Para mistura B, contendo uracila, cafeína e fenol, obteve fator de separação entre a cafeína e fenol de  $\alpha_{\text{C/F}}= 0,6$ , comprovando que a cafeína eluiu antes do fenol, devido a menor capacidade desta FE em estabelecer ligação de hidrogênio, atribuída à redução dos grupos silanóis residuais, acarretando em diminuição na atividade silanofílica, comprovando a eficiência do capeamento. Na mistura C, uracila, benzilamina e fenol, o pH do meio foi de 2,7, fazendo com que os silanóis estivessem protonados e a benzilamina desprotonada, desfavorecendo a troca iônica entre eles. Porém, com a mesma mistura em pH 7,6 (mistura D), a troca iônica foi favorecida devido a dissociação dos silanóis e protonação da benzilamina, entretanto, o fator de assimetria da benzilamina de 0,9 e  $\alpha_{\text{B/F}}=2,88$  obtidos comprovaram que houve uma diminuição desse efeito, devido a redução dos silanóis residuais.

### Conclusões

A reação de capeamento melhorou o desempenho cromatográfico da FE, resultando em uma boa assimetria para os compostos básicos. Os testes Tanaka e colaboradores demonstraram a eficiência do capeamento, pois o fator de separação da cafeína e fenol foi menor que 1, apontando que não houve interação do hidrogênio da cafeína com os oxigênios do silanóis, que estariam parcialmente dissociados, e também a troca iônica entre a benzilamina e os silanóis residuais em pH 7,6 foi reduzida em relação a FE não capeada, comprovando a diminuição dos silanóis residuais.

### Agradecimentos

Unicamp, INCTAA, CNPq, CAPES e FAPESP (Proc. nº 2006/57897-9).

<sup>1</sup>Silva, C.G.A.; Collins, C.H, *J. Chromatogr. A*. **2012**, 1260, 81.

<sup>2</sup>Maldaner, L.; Jardim, C.S.F, *J. Sep. Sci.*. **2010**, 33, 174.

<sup>3</sup>Kimata, K. Iwaguchquei, K. Onishi, S. Jinno, K. Eksteen, R. Hosoya, K. Araki, M. Tanaka, *N. Sep. Sci.* **1989**, 27, 721.