

# Caracterização Físico-Química de Fases Estacionárias de Poli(metiltetradecilsiloxano) Imobilizado sobre Sílica Zirconizada.

Anízio M. Faria (PG)\*, Kenneth E. Collins (PQ), Carol H. Collins (PQ). anizio@iqm.unicamp.br

LabCrom, Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP. 13084-971.

Palavras Chave: Caracterização, Fase estacionária, CLAE-FR.

## Introdução

A grande popularidade da cromatografia líquida de alta eficiência no modo de fase reversa (CLAE-FR) se deve, sobretudo, ao advento das fases estacionárias quimicamente ligadas à base de sílica. Porém, por razões estéricas, apenas 50 % dos grupos ativos do suporte (Si-OH) podem ser derivatizados, restando outros 50 % que estarão disponíveis para interagir indesejavelmente com componentes da amostra. Este é um dos principais problemas atualmente da CLAE-FR. Para contornar tal problema, diversas alternativas vêm sendo sugeridas. Uma destas é a adsorção de camadas de polímeros orgânicos, induzida por um procedimento apropriado de imobilização, em óxidos inorgânicos. Este método possibilita um melhor recobrimento dos grupos ativos dos óxidos<sup>1</sup>.

Neste trabalho, fases estacionárias com poli(metiltetradecilsiloxano) (PMTDS) imobilizado por diferentes procedimentos em partículas de sílica-zirconizada<sup>2</sup> foram caracterizadas física e quimicamente, quanto a disponibilidade dos grupos residuais provenientes do suporte de sílica (Si-OH).

## Resultados e Discussão

As fases estacionárias de Si-Zr(PMTDS) foram imobilizadas por tratamento térmico (TT), radiação gama (RG) e pelo processo de auto-imobilização (AI). As fases preparadas foram caracterizadas por análise termogravimétrica (ATG), RMN de <sup>29</sup>Si com polarização cruzada no ângulo mágico de rotação, IV e análise elementar.

A Tabela 1 apresenta a %C obtida para as fases de Si-Zr(PMTDS) em função do procedimento de imobilização empregado, bem como as perdas de massa obtidas por análise termogravimétrica em função da temperatura de aquecimento.

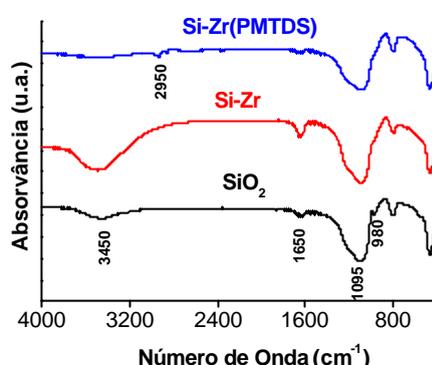
**Tabela 1.** Caracterização das fases de Si-Zr(PMTDS) quanto a %C e estabilidade térmica.

FE Si-Zr-PMTDS	%C	Perda de massa (%)	
		<200°C	200-650°C
RG (120 kGy)	15,4	2,5	18,8
TT (100°C/12h)	14,0	2,0	18,4
AI (100 d)	14,4	2,6	18,2

>650°C, perdas devido a condensação de grupos SiOH e ZrOH

As três fases estacionárias estudadas apresentaram características similares em relação às percentagens de carbono e estabilidades térmicas, como visto na Tabela 1, independente do procedimento de imobilização adotado.

O sinal em ~980 cm<sup>-1</sup>, característico da vibração de grupos silanóis livres da sílica, desaparece por completo com a incorporação do zircônio e subsequente imobilização do PMTDS. Os espectros de IV estão apresentados nas Figuras 1.



**Figura 1.** Espectros de IV de uma fase de Si-Zr(PMTDS), dos suportes de sílica zirconizada e sílica pura.

Os espectros de RMN mostraram que a razão entre os grupos silanóis (SiOH) e siloxanos (Si-O-Si) é menor nas fases zirconizadas que nas fases de Si(PMTDS), indicando maior recobrimento/interação dos grupos SiOH da superfície da sílica.

## Conclusões

Os resultados obtidos pelos testes de caracterização das fases estacionárias de Si-Zr(PMTDS) indicaram que a incorporação do óxido de zircônio seguido da imobilização do PMTDS, reduziram de forma efetiva a quantidade de sítios de interações residuais do suporte de sílica, dificultando desta forma o acesso de componentes da amostra a estes grupos indesejáveis.

## Agradecimentos

FAPESP e CNPq.

<sup>1</sup> Jardim, I. C. S. F.; Collins, K. E. e Collins, C. H. *Microchem. J.* **2004**, *77*, 191.

<sup>2</sup> Faria, A. M.; Magalhães, D. R.; Collins, K. E. e Collins, C. H. *Anal. Chim. Acta* **2005**, *550*, 137.