

Avaliação da Auto-imobilização de PMTDS em Partículas de Sílica Titanizada como Fases Estacionárias para CLAE-FR.

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: Auto-imobilização, fases estacionárias, sílica titanizada.

Introdução

Nos últimos anos, fases estacionárias preparadas pela imobilização de polímeros orgânicos sobre óxidos inorgânicos têm atraído a atenção de cromatografistas, devido a possibilidade de melhor recobrimento de grupos ativos do suporte cromatográfico, reduzindo, desta forma, o problema de mecanismo duplo de retenção nas separações. Existem várias formas de se imobilizar o polímero às partículas do suporte. Procedimentos convencionais empregam iniciadores de radical livre, radiações ionizantes, etc. Recentemente, o desenvolvimento de uma camada polimérica estável, adsorvida cineticamente à temperatura ambiente, na ausência de procedimentos de imobilização, mostrou ser um procedimento simples e bastante eficaz para a preparação de FE para CLAE-FR, com desempenho cromatográfico similar às fases imobilizadas.

Neste trabalho, foi avaliado o tempo necessário para a adsorção irreversível de uma quantidade apropriada do poli(metiltetradecilsiloxano) – PMTDS – em sílica titanizada. Para isto, as fases estacionárias foram analisadas periodicamente por uma mistura padrão contendo diferentes compostos testes para avaliar o desempenho cromatográfico ao longo de um período de 60 dias.

Resultados e Discussão

Fases estacionárias foram preparadas com uma carga polimérica de 45 % (m/m). As fases foram deixadas em capela a temperatura ambiente por um período de 60 dias, sendo avaliadas de 15 em 15 dias quanto ao desempenho cromatográfico.

Uma mistura teste padrão constituída de compostos apolares (uracil, benzonitrila, benzeno, tolueno e naftaleno) foi empregada para medir o desempenho cromatográfico das fases. Os resultados estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1. Parâmetros cromatográficos das fases de Si-Ti(PMTDS) auto-imobilizadas.

Dias	N/m ^a	As ^a	Rs ^b	k ^{a,c}
6	37.800	1,1	1,3	-
15	43.500	1,2	1,7	0,6
30	55.300	0,8	2,6	1,4
60	58.300	1,1	3,4	2,3

^a Calculado para o pico do naftaleno, ^b calculado para o tolueno-benzeno, ^c medido pelo tempo de retenção do uracil.

A quantidade de PMTDS adsorvida ao suporte de sílica titanizada aumenta com o decorrer do experimento, como pode ser confirmado pelos valores de fator de retenção (k) na Tabela 1. A partir do 60º dia de adsorção, as fases de Si-Ti(PMTDS) apresentaram uma quantidade de polímero adsorvido apropriada para uma boa separação dos compostos testes com picos bem resolvidos (auto-imobilização). Antes deste período, devido a baixa quantidade de polímero adsorvido, a fase de Si-Ti(PMTDS) não foi possível resolver adequadamente os compostos da mistura teste padrão. A Figura 1 ilustra cromatograficamente o efeito do tempo de adsorção do PMTDS na sílica titanizada para a separação da mistura teste.

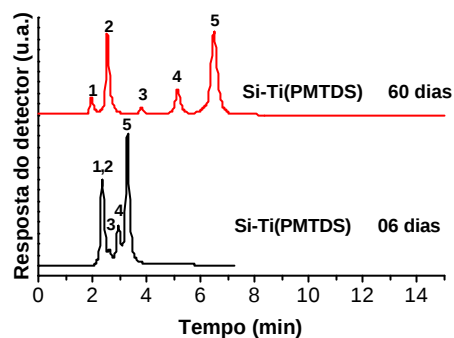


Figura 1. Cromatogramas da mistura teste nas FE de Si-Ti(PMTDS) auto imobilizadas por 06 e 60 dias. Condições cromatográficas: FM: MeOH:H₂O (70:30, v/v), vol. Injeção: 5 µl, detecção UV a 254 nm. Compostos: 1 uracil, 2 benzonitrila, 3 benzeno, 4 tolueno e 5- naftaleno.

Conclusões

Os resultados indicaram que o PMTDS apresenta uma lenta adsorção na superfície da sílica titanizada. Somente após 60 dias de adsorção, as fases de Si-Ti(PMTDS) possibilitaram uma boa separação dos compostos da mistura teste. A partir deste período, o comportamento cromatográfico das fases estacionárias de Si-Ti(PMTDS) são muito similares às fases estacionárias com imobilização induzida do polímero. Estes resultados indicam que o processo de auto-imobilização é um método simples e bastante eficaz na preparação de fases estacionárias para CLAE-FR.

Agradecimentos

FAPESP e CNPq.