

Preparação e Caracterização de Fases Estacionárias de Poli(metiloctilsiloxano) sobre Suporte de Alumina.

Wilker F. de Abreu¹ (IC), César R. Silva¹ (PG) e Isabel C.S. F. Jardim¹ (PQ) *icsfj@iqm.unicamp.br
¹ LABCROM- Instituto de Química - UNICAMP

Palavras Chave: alumina, poli(metiloctilsiloxano), fase estacionária

Introdução

A Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (CLAE) geralmente emprega colunas recheadas com uma cadeia orgânica ou polímero orgânico depositado sobre um suporte, normalmente de sílica e uma fase móvel (FM), que é eluída sob altas pressões. Entretanto, estas fases estacionárias (FE) têm uso limitado ao intervalo de pH entre 2 e 8. Para separar compostos em soluções básicas, uma alternativa é utilizar óxidos inorgânicos como a alumina como suporte, que resulta em colunas estáveis frente às FM com pH acima de 10. Dessa forma, o objetivo do presente trabalho foi preparar fases estacionárias reversas de poli(metiloctilsiloxano) (PMOS) sobre suporte de alumina e imobilizada termicamente na tentativa de obterem fases estacionárias estáveis em meio básico.

Resultados e Discussão

Primeiramente foram analisadas as porcentagens (m/m) do polímero PMOS e da alumina (Spherisorb/Phase Sep, USA), de tamanho de partícula de 10 µm. Colunas contendo 10, 20, 30, 40 e 50% de PMOS foram testadas com fases móveis contendo diferentes proporções de metanol e água. As melhores colunas corresponderam àquelas contendo 40% de polímero e a FM de MeOH:H₂O de 50:50 (v/v).

Para preparar as FE imobilizadas por radiação térmica fez-se um estudo da temperatura (120 e 140°C). As fases, após imobilização, foram extraídas com hexano a 50 °C, por 4 horas, para remover o excesso de polímero. Os resultados obtidos são mostrados nas Tabelas 1.

Tabela 1. Parâmetros cromatográficos obtidos no estudo da influência da temperatura de imobilização da fase Alumina-PMOS, com tempo de 8 horas.

Temperatura (°C)	t _R [*]	k [*]	N/m _s ^{**}	As [*]	Rs ^{**}
120	22,5	3,8	33560	0,9	4,5
140	23,6	4,9	36000	0,7	4,6

* Calculado para o naftaleno.

**Calculado para o par tolueno-naftaleno

Pelos resultados da Tabela 1, verifica-se que a temperatura de 120 °C forneceu um bom número de pratos por metro e o valor de assimetria está dentro do intervalo aceito na literatura, que é de 0,9 a 1,6, o que não ocorre para temperatura de 140 °C.

Adotando-se a temperatura de 120 °C variou-se o tempo de imobilização (8, 10, 12 e 16 horas), cujos parâmetros cromatográficos estão na Tabela 2.

Tabela 2. Parâmetros cromatográficos obtidos no estudo do tempo de imobilização da fase Alumina-PMOS, na temperatura de 120°C.

Temperatura (°C)	t _R [*]	k [*]	N/m (m ⁻¹) ^{**}	As [*]	Rs ^{**}
8	22,5	3,8	33560	0,9	4,5
10	18,7	2,9	30190	0,6	3,9
12	21,5	4,0	27170	0,7	3,8
16	25,1	5,0	25330	0,8	3,7

* Calculado para o naftaleno.

**Calculado para o par tolueno-naftaleno

Analisando a Tabela 2 observa-se que o tempo de imobilização que forneceu os melhores parâmetros cromatográficos foi o de 8 horas. Na Figura 1 pode-se visualizar o cromatograma obtido com a FE imobilizada a 120 °C por 8 horas.

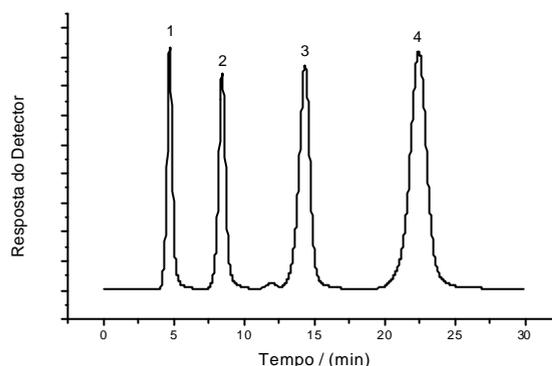


Figura 1. Cromatograma obtido com a FE Alumina – PMOS imobilizada a 120 °C, por 8 h. Condições cromatográficas FM: MeOH:H₂O 50:50 (v/v), vazão: 0,2 mL/min; detecção UV 254 nm. Identificação dos picos: 1 uracila e benzonitrila, 2 benzeno, 3 tolueno, 4 naftaleno.

Conclusões

A FE com maior eficiência, 33560 pratos por metros, foi a com 40 % de PMOS sobre alumina, imobilizada termicamente a 120°C, por 8 h, extraída com hexano a 50 °C por 4 horas.

Agradecimentos

Ao PIBIC/CNPq (pela bolsa concedida), à FAPESP e ao CNPq.