

Seleção das Condições de Imobilização, por Radiação Microondas, de Poli(metilfenilsiloxano) em Sílica Usando Planejamento Fatorial

Livia M. A. Fioravanti¹ (PG), Isabel C. S. F. Jardim¹ (PQ).

¹Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas, Caixa Postal 6154, 13084-971, Campinas/SP.

Palavras Chave: CLAE, Poli(metilfenilsiloxano), Radiação Microondas, Planejamento Fatorial

Introdução

O preparo de fase estacionária (FE) a partir da deposição do poli(metilfenilsiloxano) (PMFS) sobre sílica e imobilizada por radiação microondas foi estudado através de um planejamento fatorial, para ajustar a melhor potência e tempo de radiação, a fim de obter FE com bom desempenho cromatográfico. Escolheu-se o PMFS devido a sua seletividade diferenciada, oriunda das interações π - π do grupo fenil, e, dentre as várias técnicas de imobilização, empregou-se a radiação microondas por ser promissora e pouco estudada para este fim.

Resultados e Discussão

Fez-se um planejamento composto central (planejamento 2^2 + triplicata no ponto central + planejamento estrela) no qual a potência e o tempo de radiação microondas variaram de 560 a 840W e de 32 a 88 minutos, respectivamente. Através de um modelo quadrático, obtiveram-se as curvas de níveis, Figura 1, para eficiência cromatográfica e fator de assimetria do acenafteno, composto mais retido da mistura teste analisada.

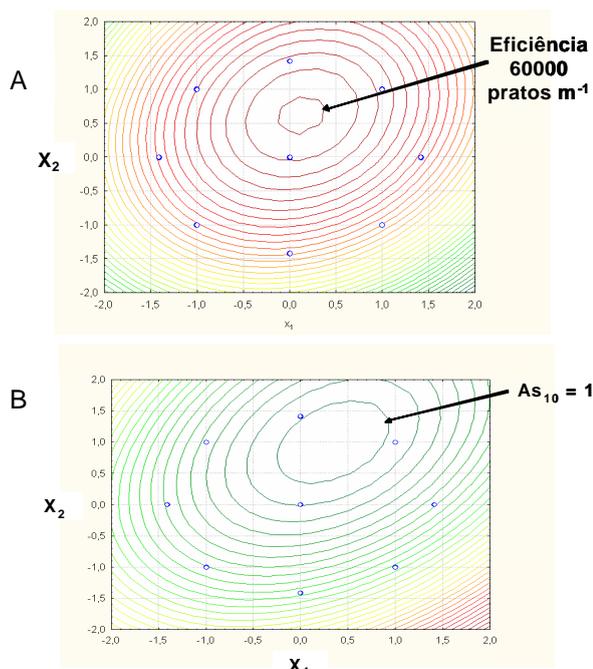


Figura 1. Curvas de níveis baseada na eficiência da coluna (A) e no fator de assimetria (B) para o acenafteno.

Através das curvas de níveis, pode-se verificar que as condições ótimas de imobilização por radiação microondas para maior eficiência da coluna estão delimitadas nas regiões de 700-725W e 70-75 minutos. Já para o fator de assimetria, as regiões ótimas estão em torno de 680-750W e 70-90 minutos. Para que haja boas respostas de eficiência e de fator de assimetria foi escolhida a condição em que estas duas respostas foram beneficiadas, ou seja, foram escolhidos os valores comuns, que são: 720 W de potência por 70 minutos de radiação.

A Figura 2 mostra o cromatograma obtido com uma coluna recheada com a FE preparada nas condições ótimas de radiação. Para esta FE obteve-se uma eficiência de 65.796 pratos m^{-1} e um fator de assimetria de 0,9 para o acenafteno.

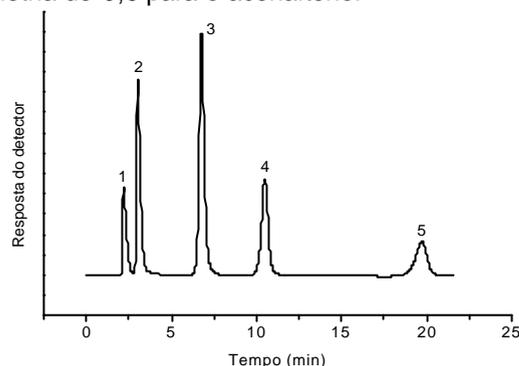


Figura 2. Cromatograma de uma FE preparada a 720 W por 70 min de radiação microondas. Condições cromatográficas: Fase móvel – metanol:água (60:40 v/v); vazão: 0,3 mL min^{-1} ; volume amostra injetada: 5 μ L; detecção UV/Vis a 254 nm. Compostos analisados: (1) uracila, (2) fenol, (3) N,N-dimetilanilina, (4) naftaleno e (5) acenafteno.

Conclusões

As FE obtidas através do procedimento proposto apresentaram bom desempenho cromatográfico, boa eficiência e simetria dos picos, inclusive para o composto básico, N,N-dimetilanilina, indicando que a imobilização proporcionou um bom recobrimento dos grupos silanóis da sílica.

Agradecimentos

Agradeço a FAPESP, CAPES e CNPq pelo apoio financeiro.