

# Propriedades Cromatográficas de Fases Estacionárias com Suportes de Sílica Metalizada para Cromatografia Líquida de Alta Eficiência.

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

LabCrom, Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP.

Palavras Chave: Sílica metalizada, CLAE, fases estacionárias.

## Introdução

A completa caracterização de fases estacionárias reversas para cromatografia líquida é extremamente desejável para diferenciar características aparentemente similares do grande número de colunas cromatográficas disponíveis atualmente. Normalmente, esta caracterização é realizada por métodos espectroscópicos, termogravimétricos e físico-químicos. Entretanto, tais métodos destroem o leito cromatográfico, impedindo a obtenção de novas informações após as primeiras medidas. A alternativa mais apropriada tem sido o uso de testes cromatográficos, pois, além da simplicidade e da possibilidade de uma comparação geral entre fases aparentemente idênticas, tais testes contribuem para um entendimento mais detalhado da retenção e da seletividade das fases, sem destruí-las.

Neste trabalho foi empregado um protocolo universal de caracterização<sup>1</sup> para a determinação das propriedades cromatográficas de fases estacionárias preparadas em laboratório baseadas na imobilização do poli(metiltetradecilsiloxano), PMTDS, sobre suportes de sílica metalizada.

## Resultados e Discussão

Seis fases estacionárias foram preparadas a partir da imobilização de PMTDS sobre suportes de sílica titanizada [Si-Ti(PMTDS)] e zirconizada [Si-Zr(PMTDS)]. Três procedimentos imobilização foram aplicados: a auto-imobilização (AI), o tratamento térmico (TT) e a radiação gama (RG). As propriedades cromatográficas destas fases estacionárias foram determinadas pela separação das misturas-teste de Tanaka e colaboradores<sup>1</sup> e estão dispostos na Tabela 1.

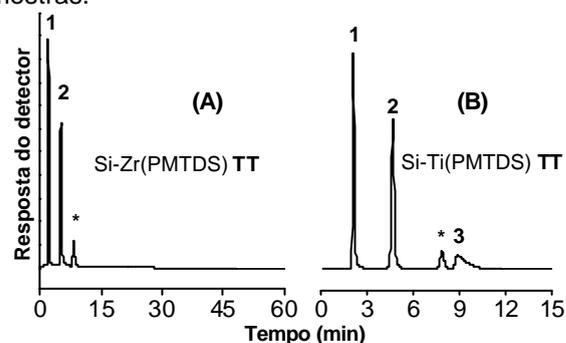
De acordo com os resultados, as fases estacionárias atuaram como fases reversas, sendo que aquelas com suportes de sílica zirconizada apresentaram um grande número de grupos residuais extremamente ácidos, não sendo possível a eluição de compostos altamente básicos, como a benzilamina (Figura 1A). As fases com sílica titanizada também apresentaram uma grande quantidade de grupos residuais, porém com acidez similar às fases baseadas em sílica nua contendo alto teor de impurezas metálicas (Figura 1B).

**Tabela 1.** Propriedades cromatográficas das fases estacionárias obtidas pelo protocolo de Tanaka.

Fases estacionárias	Propriedades cromatográficas					
	$k_{pb}$	$\alpha_{CH_2}$	$\alpha_{T/O}$	$\alpha_{C/F}$	$\alpha_{B/F}$ pH 7,6	$\alpha_{B/F}$ pH 2,7
Si-Ti(PMTDS) AI	1,9	1,0	1,0	0,6	9,9	1,6
Si-Ti(PMTDS) TT	2,4	1,0	1,2	0,9	8,4	1,9
Si-Ti(PMTDS) RG	2,2	1,2	1,1	0,6	15,1	2,9
Si-Zr(PMTDS) AI	3,0	1,2	1,2	1,1	n.d.	n.d.
Si-Zr(PMTDS) TT	2,7	1,2	1,2	0,9	n.d.	n.d.
Si-Zr(PMTDS) RG	3,3	1,2	1,0	1,1	n.d.	n.d.

n.d. = não foi possível determinar

A maioria das fases preparadas no laboratório apresentou também seletividade estérica ( $\alpha_{T/O} > 1$ ) e baixa capacidade para formação de ligações de hidrogênio ( $\alpha_{C/F} > 1$ ) com componentes das amostras.



**Figura 1.** Cromatograma da separação de uma das misturas de Tanaka. Compostos: 1- uracila, 2- fenol, 3- benzilamina, \*- impureza. A: Si-Zr(PMTDS) e B: Si-Ti(PMTDS)

## Conclusões

As fases estacionárias com sílicas metalizadas apresentaram comportamento de fase reversa, com características ácidas devido à presença do óxido metálico no suporte cromatográfico.

## Agradecimentos

À FAPESP e ao CNPq.

<sup>1</sup> Kimata, K.; Iwaguchi, K.; Onishi, S.; Jinno, K.; Eksteen, R.; Hosoya, K.; Araki, M. e Tanaka, N. *J. Chromatogr. Sci.* **1989**, *27*, 721.