

Avaliação de uma fase estacionária a base de sílica aluminizada com poli(metiloctilsiloxano) termicamente imobilizado

Endler M. Borges (PG)*, Carol H. Collins (PQ)

LABCROM – Instituto de Química, UNICAMP.

e-mail: eborges@iqm.unicamp.br

Palavras Chave: sílica modificada, ^{27}Al RMN MAS, fármacos básicos, atividade silanofílica, CLAE

Introdução

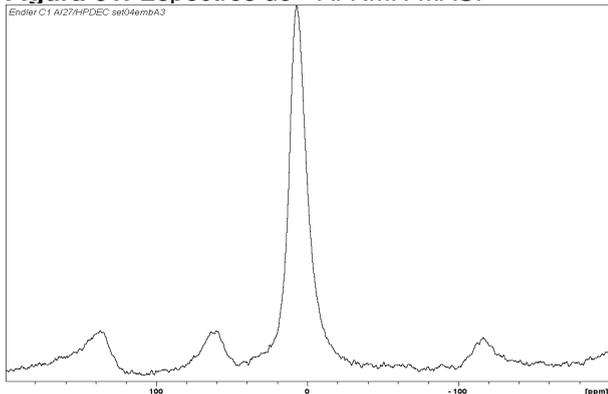
Atualmente existem mais de 600 fases estacionárias (FE) comerciais para CLAE, nominalmente idênticas, que podem separar compostos apolares com bons parâmetros cromatográficos. No entanto, poucas destas fornecem bons parâmetros cromatográficos para bases fortes ($\text{pK}_a > 9$)¹. Em virtude disto nosso grupo (LabCrom) se empenha para obter fases estacionárias úteis para tal fim.

Resultados e Discussão

A sílica Kromasil (5 μm) foi aluminizada com Al (iPrO)₃ por 12 h a 353 K e a imobilização do poli(metilsiloxano) PMOS sobre a sílica aluminizada foi feita por 16 h a 403 K.

A reação de aluminização da sílica resultou na formação de depósitos metálicos sobre a superfície da sílica, a coordenação do Al nestes depósitos foi determinada por ^{27}Al RMN MAS como octaédrica. (Figura 01).

Figura 01. Espectros de ^{27}Al RMN MAS.



O processo de aluminização conferiu novas propriedades a superfície da sílica. A superfície da sílica nua apresenta propriedades semelhantes a um ácido de Brønsted-Lowry frente a compostos básicos, e após o processo de aluminização passa a ter também propriedades do tipo ácido de Lewis.

O comportamento da nova FE em função do pH, pode ser observado na Tabela 01. Em pH 7 obtemos picos mais simétricos e melhor eficiência para a nortriptilina do que em pH 12, enquanto a retenção (k) deste

composto diminui drasticamente com o aumento do pH. No entanto para o propranolol os valores de assimetria são semelhantes enquanto a eficiência aumenta e a retenção diminui com o aumento de pH. Por sua vez os parâmetros cromatográficos para o amilbenzeno (composto apolar) mudaram somente um pouco.

Tabela 01. Valores de eficiência, assimetria e fatores de retenção Condições: coluna 60 mm x 4,0 mm, FE: Si-Al(PMOS) Fase móvel pH 7 (pH 12) metanol- 20 mmol l⁻¹ fosfato, (80:20 (v/v)), Vazão de 0,5 ml min⁻¹, Temperatura: 298 K Detecção: 254 nm, Injeção: 5 μl .

compostos	N/m (10 ³)	T _F	k
amilbenzeno	71,2 (66,5)	1,1 (1,1)	5,3 (4,1)
propranolol	9,4 (15,3)	1,5 (1,5)	4,0 (1,0)
nortriptilina	22,3 (17,8)	1,3 (1,9)	21,3 (4,1)

Conclusões

A compreensão de todos os fenômenos envolvidos na separação de compostos básicos na Si-Al (PMOS) ainda não podem ser preditos, mas podemos afirmar que a assimetria dos compostos básicos se deve as propriedades do tipo ácido de Lewis e que podemos obter picos mais simétricos trabalhando em pH 7 onde as bases estão ionizadas², dificultando as interações do analito com a FE. Os resultados obtidos nesse trabalho levam a crer que esta nova FE é promissora para a análise de compostos básicos, tais como fármacos, assim como para a análise de compostos apolares.

Agradecimentos

Os autores agradecem a FAPESP, CNPq e CAPES pelo apoio financeiro.

¹Vervoort, T.J.M., Debets, A.J.J., Caessens, H.A., Cramers, C.A., de Jong, G.J., J. Chromtogr A. **2000**, 897, 1.

²Davies, N.H., Euerby, M.R., McCalley, D.V., J. Chromtogr A **2008**, 1178, 71.