

APLICAÇÃO DA RADIAÇÃO MICRO-ONDAS NO PREPARO DE FASES ESTACIONÁRIAS FLUORADAS PARA CLAE-FR.

Liane Maldaner* (PG), Isabel C. S. F. Jardim (PQ). *lianemaldaner@yahoo.com.br.

LabCrom – Laboratório de Pesquisas em Cromatografia Líquida – IQ/UNICAMP – Campinas-SP.

Palavras Chave: CLAE-FR, fases estacionárias, poli(metil-3,3,3-trifluorpropilsiloxano), radiação micro-ondas

Introdução

O preparo de fases estacionárias (FE) para Cromatografia Líquida de Alta Eficiência em Fase Reversa (CLAE-FR) empregando o recobrimento do suporte cromatográfico com um polímero (sorção) requer uma etapa posterior de imobilização. Esta pode ser realizada empregando agentes químicos, a radiação gama, o tratamento térmico ou a radiação micro-ondas (RM). A radiação micro-ondas vem sendo muito utilizada pelos pesquisadores da área de química, porque o seu aquecimento difere muito do aquecimento convencional, tratamento térmico. Devido às suas características de aquecimento em nível molecular são permitidas reações térmicas homogêneas e rápidas e dessa forma, a radiação micro-ondas pode promover novas interações ou de diferentes intensidades entre o polímero e o suporte.

Neste trabalho foram preparadas FE a partir da imobilização do poli(metil-3,3,3-trifluorpropilsiloxano) (PMTFS) sobre a sílica nua empregando a radiação micro-ondas. A avaliação dessas FE foi realizada através de testes cromatográficos, nos quais foram avaliadas a eficiência e a simetria dos picos dos compostos.

Resultados e Discussão

Foram realizados testes preliminares para definir a temperatura e o tempo de imobilização necessários para que uma quantidade suficiente de polímero ficasse adsorvida no suporte e resultasse em FE com bom desempenho cromatográfico. As condições de imobilização com as quais foram obtidas FE com eficiências de 77000 N/m, fator de assimetria de 1,2 para o naftaleno e porcentagem de carbono de 10,38 % que corresponde a uma espessura da camada polimérica de 1,44 foram: temperatura de 150 °C (empregando uma potência de 1000 W) e tempo de imobilização de 30 minutos. Essas FE foram avaliadas também quanto a presença de grupos silanóis residuais, através do fator de assimetria de um composto básico (N,N-dimetilanilina). O valor obtido foi de 0,94 o que indica que não houve interações indesejáveis entre o composto e os grupos silanóis, o que pode estar relacionado com a presença dos átomos de flúor que promovem interações diferenciadas com os compostos em análise.

32ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

Os cromatogramas obtidos com a avaliação cromatográfica da FE preparada nas condições indicadas estão apresentados na Figura 1.

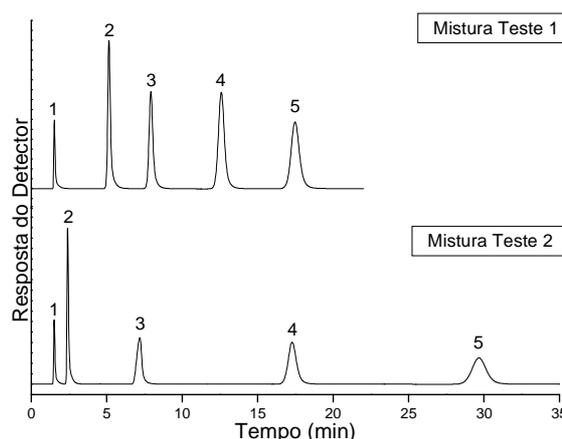


Figura 1. Cromatogramas da separação dos compostos da mistura teste 1 (1 – uracila, 2 – acetofenona, 3 – benzeno, 4 – tolueno e 5 – naftaleno) e mistura teste 2 (1 – uracila, 2 – fenol, 3 – N,N-dimetilanilina, 4 – naftaleno e 5 – acenafteno) empregando a FE (Si-PMTFS)RM. Condições cromatográficas: FM: MeOH:H₂O (50:50 v/v), vazão: 0,3 mL min⁻¹, volume de injeção: 5 µL, detecção por UV a 254 nm.

Conclusões

A radiação por micro-ondas foi eficiente para promover a imobilização do polímero no suporte cromatográfico e, além disso, proporcionou um recobrimento uniforme e homogêneo o que pode ser confirmado pela alta eficiência apresentada pela coluna e também pela simetria dos compostos analisados que estão dentro do intervalo sugerido pela literatura ($0,9 \leq A_s \leq 1,2$). O excelente fator de assimetria apresentado pelo composto básico torna esta FE muito útil para a análise de fármacos.

Agradecimentos

Os autores agradecem à FAPESP e ao CNPq pelo apoio financeiro.