

Preparo de fases estacionárias de poli(metilfenilsiloxano) imobilizadas sobre sílica zirconizada para aplicação em CLAE

Milena Pinotti Segato (PG), Isabel Cristina Sales Fontes Jardim (PQ)*

Universidade Estadual de Campinas, Instituto de Química, LabCrom, Cidade Universitária Zeferino Vaz, Caixa Postal 6154, Campinas, SP, Brazil CEP 13083-970.

icsfj@igq.unicamp.br

Palavras Chave: poli(metilfenilsiloxano), fase estacionária, sílica zirconizada, CLAE.

Introdução

As fases estacionárias (FE) obtidas a partir da imobilização de polímeros sobre suportes inorgânicos foram desenvolvidas com o objetivo de combinar a resistência mecânica do suporte com a seletividade e inércia química dos polímeros. Estas FE apresentam algumas vantagens em relação às FE quimicamente ligadas empregadas em CLAE, entre elas melhor recobrimento dos silanóis residuais, diminuindo as interações indesejáveis com os analitos, maior proteção do suporte contra o ataque de fases móveis (FM) agressivas e preparo relativamente fácil. A seletividade da FE polimérica depende da funcionalidade do polímero imobilizado. Fases do tipo fenil têm adquirido grande popularidade na separação de compostos aromáticos e têm apresentado especificidade para hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPA), devido às interações π - π com estes analitos. A obtenção de FE com maior estabilidade química em FM alcalinas tem sido o principal objetivo de muitos pesquisadores desta área. A incorporação de zircônia sobre partículas de sílica utilizadas como suporte cromatográfico tem sido empregada em nosso grupo, buscando combinar a estabilidade da zircônia às características cromatográficas ideais da sílica. Neste trabalho, foi feita a zirconização do suporte de sílica, o preparo das FE a partir da imobilização térmica de poli(metilfenilsiloxano) (PMFS) sobre o suporte, caracterização físico-química e avaliação do desempenho cromatográfico das FE a partir da separação dos compostos de algumas misturas teste.

Resultados e Discussão

Analisando os cromatogramas da Figura 1 e os parâmetros apresentados na Tabela 1, observa-se que a FE 02 (35 % de PMFS) apresentou o melhor desempenho cromatográfico, incluindo melhor separação para o par benzonitrila-benzeno, maior eficiência e fator de assimetria para o pico do naftaleno próximo de 1,0. Esta FE também foi empregada com êxito na separação de uma mistura de compostos aromáticos e na separação de uma mistura de fármacos em pH alcalino.

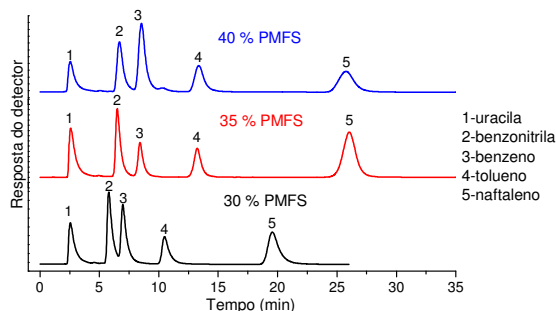


Figura 1. Cromatograma mostrando a influência da carga do PMFS na separação dos compostos de uma mistura teste. Condições cromatográficas: $V_{\text{injeção}} = 5 \mu\text{L}$; FM MeOH:H₂O 50:50 v/v; Vazão 0,3 mL min⁻¹; Detecção UV em 254 nm.

Tabela 1. Parâmetros cromatográficos obtidos com diferentes cargas de PMFS nas FE preparadas

FE	Carga PMFS (%)	t_R^a (min)	R_s^b	k^a	$As_{10\%}^a$	$As_{10\%}^c$	N/L ^a (pratos m ⁻¹)
01	40	25,8	1,9	9,1	1,3	2,8	30033,5
02	35	26,0	2,6	9,1	1,1	*	46316,1
03	30	19,6	1,6	6,7	2,1	*	37332,2

^acalculados para o pico do naftaleno; ^b calculado para o par benzonitrila-benzeno; ^ccalculado para o composto básico N,N-dimetilanilina; *coeluição

As FE preparadas sobre o suporte de sílica zirconizada apresentaram maior estabilidade em fases móveis alcalinas que as FE preparadas previamente em suporte de sílica nua.

Conclusões

A principal vantagem do suporte de sílica zirconizada está na maior estabilidade química das FE preparadas, e a desvantagem é um aumento na retenção de compostos básicos, com consequente aumento do fator de assimetria do pico destes compostos, quando comparadas com as FE à base de sílica nua.

Agradecimentos

FAPESP, CNPq