

Avaliação de fases estacionárias preparadas pela imobilização térmica do PMOS sobre a sílica com as misturas teste SRM 870 e Engelhardt

Endler M. Borges (PG) e Carol H. Collins (PQ)

Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP, Brasil

Palavras Chave: CLAE, fases estacionarias, sílica, PMOS, misturas teste.

Introdução

Este trabalho avalia as propriedades cromatográficas de fases estacionárias (FE) preparadas pela imobilização térmica do poli(metiloctilsiloxano) (PMOS) sobre a superfície da sílica Kromasil de 5 μm , utilizando diferentes proporções PMOS/sílica, temperaturas e tempos de imobilização.

A avaliação cromatográfica foi conduzida utilizando-se as misturas teste de SEM 870¹ e de Engelhardt², no intuito de avaliar a hidrofobicidade, seletividade metilênica e atividade silanofílica das FE preparadas.

Resultados e Discussão

As FE preparadas de acordo com a **Tabela 1**, avaliadas pelas misturas teste SRM 870 e Engelhardt (**Tabelas 2 e 3**, respectivamente) apontam para uma menor atividade silanofílica para as FE preparadas com menores tempos e temperaturas de imobilização e menores quantidades de polímero, enquanto o oposto resulta em FE mais retentivas, fato que não se reflete em uma maior eficiência.

Por sua vez as FE mais retentivas apresentam maior atividade silanofílica, comportamento oposto ao observado para FE quimicamente ligadas baseadas no mesmo tipo de sílica.

Tabela 1. Relações PMOS/sílica, tempos e temperaturas (T) de imobilizações utilizadas nas preparações das FE

código	m _{PMOS} /m _{sílica}	tempo (h)	T (°C)
F1	0,4	6	130
F2	0,2	12	130
F3	0,2	6	160
F4	0,2	12	160
F5	0,4	12	160
F6	0,4	6	140
F7	0,2	12	140
F8	0,6	6	130
F9	0,6	12	130
F10	0,6	6	140
F11*	1,5	16	120
F12*	1,5	8	120
F13*	1,5	16	140

* Excesso de PMOS não imobilizado retirado passando-se hexano a 1 mL/min. por 3 h a 50 °C

Tabela 2. Avaliação com a mistura teste SRM 870. Fatores de retenção do tolueno (1) e etilbenzeno (2) (k_1 e k_2), eficiência do etilbenzeno ($N/m_2 \times 10^3$), fatores de retenção e de alargamento (k_3 e TF_3) e fator de alargamento do pico (w_{h3}) em segundos, para amitriptilina (3) obtidos para o teste SRM 870

Cod.	k_1	k_2	N/m_2	k_3	TF_3	w_h
F6	0,44	0,61	28,3	6,89	1,40	39
F7	0,63	0,86	34,7	5,19	1,36	23
F8	0,33	0,50	39,1	3,57	1,28	20
F9	0,73	1,01	35,3	6,24	1,05	28
F10	1,06	1,50	40,2	12,77	1,30	50
F11	1,56	2,20	43,0	15,23	0,92	67
F12	0,82	1,13	40,1	14,82	1,63	67
F13	2,59	3,65	42,8	25,81	1,19	133

Tabela 3. Avaliação com a mistura teste de Engelhardt. Fatores de alargamento, retenção e alargamento do pico a meia altura para a p-etilanilina (4) (TF_4 , k_4 e w_{h4}), eficiência para o tolueno (N/m_1) e fator de separação entre o anilina (A) e o fenol (F) ($\alpha_{A/F}$)

Cod	k_1	k_4	TF_4	w_{h4}	N/m_1	$\alpha_{A/F}$
F1	1,69	0,75	1,43	7	52,9	1,00
F2	1,02	0,57	1,17	9	43,3	1,00
F3	1,18	2,99	1,35	17	29,6	4,92
F4*	2,24	2,24	nd*	12	26,7	2,56
F5	5,06	3,45	2,05	18	38,5	2,07
F6	2,46	1,21	1,7	7	46,1	1,66
F7	2,96	1,04	1,88	11	54,0	1,70
F8	1,75	0,70	1,21	6	54,3	1,20
F9	2,85	1,20	1,75	6	23,7	1,30
F10	6,30	2,12	1,62	8	57,8	1,22

* p-etilanilina e tolueno tem o mesmo k

Conclusões

FE preparadas com menor quantidade de PMOS são menos retentivas que FE preparadas com maiores quantidades de PMOS e submetidas a um processo de extração. No entanto estas apresentam eficiência similar para compostos neutro e superior para compostos básicos

A exclusão do procedimento de extração reduz os gastos e o tempo de preparação das FE.

Agradecimentos

Capes, CNPq e FAPESP