

Caracterização das Propriedades de Fases Estacionárias Preparadas em Laboratório para CLAE-FR.

Maura R. Amparo (IC)¹, Fabiana A. Marques (IC)¹, Milena P. Segato (PG)², Isabel C. S. F. Jardim (PQ)², Anízio M. Faria (PQ)^{1*}. anizio@pontal.ufu.br

1- Química-FACIP, Universidade Federal de Uberlândia, Ituiutaba-MG. 2- LabCrom, Instituto de Química/Unicamp, Campinas-SP.

Palavras Chave: Suporte de sílica metalizada, fases estacionárias, CLAE-FR.

Introdução

A posição de destaque da cromatografia líquida de alta eficiência no modo de fase reversa (CLAE-FR) como técnica de separação físico-química se deve principalmente à utilização das fases estacionárias quimicamente ligadas à base de sílica. Entretanto, um dos problemas mais significativos decorrente desse tipo de fase é o grande número de grupos residuais presentes em sua superfície (grupos silanóis, Si-OH) devido ao recobrimento ineficiente do suporte de sílica. Estes grupos residuais interagem de forma indesejável com componentes da mistura a ser separada e também com a fase móvel, modificando o mecanismo de retenção da fase estacionária. Tal problema pode ser minimizado a partir da imobilização de camadas de polímeros orgânicos na superfície do suporte de sílica, pois os polímeros fornecem um recobrimento mais eficiente dos grupos ativos da superfície da sílica.¹ Outra solução para uma redução ainda maior da atividade dos silanóis residuais é apresentada neste trabalho, onde o suporte de sílica foi recoberto com uma camada de óxidos de zircônio e titânio e, posteriormente, com uma camada polimérica de poli(metiltetradecilsiloxano) – PMTDS.

Resultados e Discussão

As propriedades texturais e físico-químicas das fases estacionárias foram determinadas para avaliar o grau de redução das atividades dos grupos silanóis residuais com estes procedimentos. Para tal, foram empregadas espectroscopia de ressonância magnética nuclear (RMN de ²⁹Si), microscopia eletrônica de varredura (MEV), análise elementar, medidas de área superficial e volume de poros, etc.

Os resultados de RMN de ²⁹Si indicaram uma redução expressiva dos grupos SiOH na superfície da fase com a incorporação das camadas de óxido metálico e de polímero, principalmente quando comparada com uma fase à base de sílica recoberta apenas com a camada polimérica. Além disso, os estudos morfológicos indicaram que a uniformidade das partículas da nova fase estacionária e suas estruturas de poros, apropriadas para fins

cromatográficos, não foram afetadas com a incorporação dos óxidos metálicos (Figura 1).



Figura 1. Micrografias das partículas de sílica-zircônia/titânia, ampliação 2000 vezes.

Separações cromatográficas com a nova fase estacionária (Figura 2) foram realizadas com misturas de compostos padrão, resultando em separações típicas da modalidade de fase reversa da CLAE e com baixa interação residual com compostos básicos.

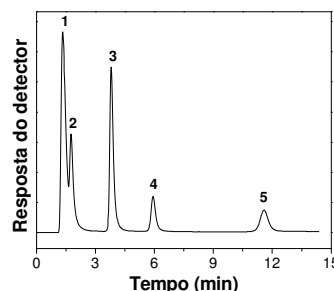


Figura 2. Separação de uma mistura teste padrão empregando a fase estacionária Si-Zr/Ti(PMTDS).

Conclusões

A partir desses resultados verifica-se que a presença de camadas de óxidos metálicos e de polímero na fase resulta em maior recobrimento de grupos ativos da sílica e, conseqüentemente, redução da atividade residual da fase estacionária.

Agradecimentos

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

¹ I.C.S.F. Jardim, K.E. Collins, C.H. Collins, *Microchem. J.* **2004**, 77, 191.