

Fases estacionárias de poli(dimetilsiloxano-co-metilfenilsiloxano) sorvidas e imobilizadas sobre sílica e sílica zirconizada para CLAE-FR

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, Brasil CEP 13083-970.

icsfj@iqm.unicamp.br

Palavras Chave: fase estacionária, fenil, sílica zirconizada, CLAE.

Introdução

Em busca de fases estacionárias (FE) mais seletivas e mais estáveis, nosso grupo tem desenvolvido FE a partir da imobilização de polissiloxanos sobre suporte de sílica ou de sílica metalizada, combinando a estabilidade química do suporte com a seletividade e inércia química dos polímeros. A seletividade da FE polimérica depende da funcionalidade do polímero. Fases fenil têm popularidade na separação de compostos aromáticos e têm apresentado especificidade para os hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPA) e seletividade diferenciada para compostos aromáticos nitrogenados, devido às interações π - π com estes analitos. Neste trabalho, foram preparadas FE a partir da sorção e imobilização térmica de poli(dimetilsiloxano-co-metilfenilsiloxano) (PDMFS) sobre sílica e sílica zirconizada, empregando-se temperatura de 140 °C durante 6 h. Após o preparo, algumas FE foram capeadas buscando-se maior proteção dos grupos silanóis residuais. As FE foram avaliadas cromatograficamente na separação de misturas sintéticas. A estabilidade química das FE preparadas foi avaliada em condições drásticas, temperatura de 50 °C e fase móvel alcalina (pH 10).

Resultados e Discussão

Tabela 1. Parâmetros cromatográficos obtidos na separação de algumas misturas sintéticas empregando as FE preparadas

FE	Composto	Parâmetros Cromatográficos		
		N/L (pratos m ⁻¹)	As _{10%}	k
Si(PDMFS)	Naftaleno	72712	1,1	5,3
	Acenafteno	74071	1,0	11,2
	N,N-DMA	61524	1,6	2,8
SiZr(PDMFS)	Naftaleno	73639	1,1	7,3
	Acenafteno	73386	0,9	13,2
	N,N-DMA	61618	1,4	2,6
Si(PDMFS)ec	Naftaleno	56500	0,8	8,4
	Acenafteno	57478	0,8	19,7
	N,N-DMA	47200	0,9	3,7
SiZr(PDMFS)ec	Naftaleno	56177	1,1	10,5
	Acenafteno	57145	1,0	25,1
	N,N-DMA	15322	2,8	5,7

N,N-DMA: N,N – dimetilaniлина.

Analisando a Tabela 1, observa-se que as FE apresentaram eficiência superior a 56000 pratos m⁻¹

32ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

e fator de assimetria entre 0,8 e 1,1 para o naftaleno. Portanto, são comparáveis a FE disponíveis comercialmente que são quimicamente ligadas. As FE preparadas foram empregadas com êxito na separação de uma mistura de compostos aromáticos de diferentes polaridades, na separação de uma mistura de agrotóxicos e de uma mistura de fármacos contendo grupos básicos. A Figura 1 mostra a avaliação da estabilidade química das FE.

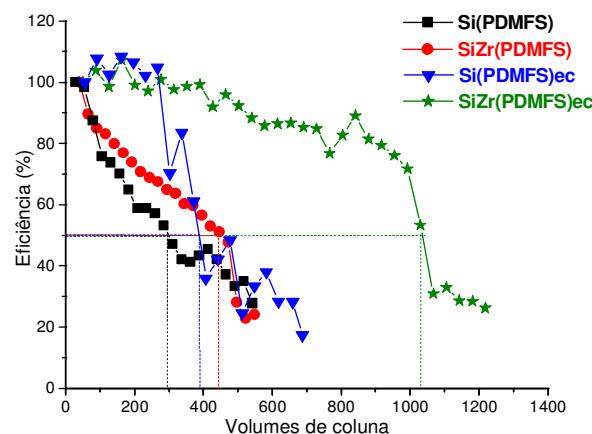


Figura 1. Variação da eficiência (%) das FE preparadas em função da passagem de fase móvel metanol:0,050 mol L⁻¹ K₂CO₃/KHCO₃ a pH 10 (55:45, v/v); vazão de 1,0 mL min⁻¹; temperatura de 50 °C e detecção a 254 nm.

Conclusões

A avaliação cromatográfica e a aplicabilidade das FE comprovaram que ela é competitiva com as FE comerciais.

A estabilidade das FE aumenta na seguinte ordem: Si(PDMFS) < Si(PDMFS)ec < SiZr(PDMFS) < SiZr(PDMFS)ec., sendo que a FE SiZr(PDMFS)ec é de 2 a 3 vezes mais estável que as demais, mostrando que a combinação do suporte zirconizado com o capeamento é uma estratégia importante para a obtenção de FE de PDMFS com estabilidade elevada.

Agradecimentos

FAPESP, CNPq