

Uma nova fase estacionária monolítica para CLC baseada em ZrO_2 utilizando processo sol-gel.

Raquel G.C. Silva* (PQ), Carla B.G. Bottoli (PQ), Carol H. Collins (PQ). * rgcsilva@iqm.unicamp.br
Instituto de Química, Departamento de Química Analítica (DQA), Universidade Estadual de Campinas. Caixa Postal 6154, CEP 13083-970, Campinas, SP, Brasil.

Palavras Chave: cromatografia líquida capilar, fases estacionárias monolíticas, zircônia, HILIC

Introdução

Uma fase monolítica é um meio contínuo de separação (no formato de uma "partícula única") que possui uma estrutura sólida e porosa, com pequenos domínios e canais relativamente grandes. O formato desses canais oferece uma menor resistência à passagem de uma FM, comparada aos materiais particulados utilizados nas colunas convencionais de HPLC. Pode-se realizar análises com vazões elevadas, sem perdas na eficiência de separação, além da redução do tempo de análise. O objetivo desse trabalho é o preparo, caracterização e aplicação de uma nova fase estacionária monolítica preparado pelo processo sol-gel (PSG) à base de zircônia.

Resultados e Discussão

A superfície interna dos capilares foi submetida a um pré-tratamento para exposição dos grupos silanóis reativos com NaOH 1 mol L^{-1} , aquecimento em um forno por 2 h e lavagem com água. A solução de hidrólise foi preparada através da mistura de ácido acético $0,01 \text{ mol L}^{-1}$ de, 1,1 g de PEG e 0,3 g de n-butanol, seguida da agitação em vórtex. A mistura foi colocada em banho de ultrassom até completa dissolução à temperatura ambiente. Paralelamente, foi pesado 3,0 mg de alcóxido de zircônio, que foi dissolvido em etanol e a mistura foi colocada em frasco fechado sob fluxo de nitrogênio, evitando o contato com o ar. Em seguida, a solução de hidrólise foi misturada com a solução de alcóxido de zircônio e a mistura foi inserida nos capilares com o auxílio de uma seringa. O capilar foi mantido em um forno a $30 \text{ }^\circ\text{C}$ por 24 h e aquecido a $150 \text{ }^\circ\text{C}$ por 12 h.

A morfologia do monolito pode ser observada na Figura 1, que mostra as micrografias obtidas com diferentes aumentos, utilizando-se microscopia eletrônica de varredura. O monolito é constituído de glóbulos de zircônia porosa com diâmetros de $1,33 \pm 0,27 \text{ } \mu\text{m}$.

A coluna monolítica foi avaliada inicialmente através da separação da mistura contendo dois compostos: naftaleno (1) e cafeína (2) em FM composta por acetonitrila e água (80:20) (Figura 2).

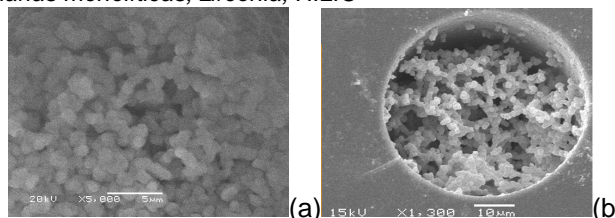


Figura 1. Micrografias do monolito no interior do capilar de $50 \text{ } \mu\text{m}$.

Pode-se observar, que o naftaleno elui mais rapidamente ($t_R \approx 2,7 \text{ min}$) do que a cafeína ($t_R \approx 3,9 \text{ min}$), sendo que o naftaleno é um analito mais apolar do que a cafeína. O comportamento inverso é observado quando se trabalha com cromatografia no modo reverso (RP-HPLC). As interações que ocorrem na coluna C podem ser do tipo hidrofílicas, na qual que se baseia o modo HILIC.

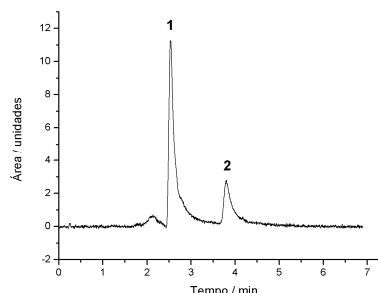


Figura 2: Separação cromatográfica utilizando coluna monolítica C preparada pelo processo PSG. Compostos: 1: naftaleno e 2: cafeína. Condições cromatográficas: FM ACN:H₂O (80:20 v/v), $V_{inj} = 0,05 \text{ } \mu\text{L}$, $\lambda = 254 \text{ nm}$, vazão: $4 \text{ } \mu\text{L min}^{-1}$.

Conclusões

Os resultados mostraram que houve a formação do monolito no interior do tubo capilar, sendo a mistura de naftaleno e cafeína separada satisfatoriamente por cromatografia líquida capilar no modo HILIC.

Agradecimentos

Fapesp, CNPq.