

Capecamento de fases estacionárias para CLAE obtidas pela imobilização de PMODS sobre sílicas metalizadas

Carla G. A. Silva (PG) & Carol H. Collins* (PQ) (*chc@iqm.unicamp.br)

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

Palavras Chave: CLAE-FR, fases estacionárias, capecamento, compostos básicos

Introdução

A preparação de fases estacionárias para cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) pela imobilização de polímeros orgânicos sobre suportes metalizados como sílica zirconizada¹ e titanizada² tem sido uma interessante estratégia para a obtenção de fases estacionárias (FE) que apresentam maior estabilidade química³. No entanto, esse processo gera zirconóis ou titanóis residuais que interagem de forma indesejável com compostos básicos, como fármacos. O objetivo deste trabalho é reduzir a quantidade de grupos hidroxilados residuais de fases estacionárias obtidas a partir da imobilização térmica do poli(metiloctadecilsiloxano) (PMODS) sobre sílica zirconizada e titanizada a partir da reação de capecamento com uma mistura de hexametildisilazano e trimetilclorosilano.

Resultados e Discussão

A preparação das FE Si-Zr(PMODS)ec e Si-Ti(PMODS)ec apresentou boa repetibilidade com desvio padrão relativo (DPR) menor que 5 % para conteúdo de carbono e eficiência cromatográfica.

A **Figura 1** mostra os espectros de ressonância magnética nuclear de ²⁹Si da FE Si-Ti(PMODS)ec e da fase não capecada, Si-Ti(PMODS), onde pode-se perceber a efetividade da reação de capecamento pelo aparecimento do grupo trimetilsilil (M) em +14 ppm, bem como mudanças na quantidade de silanóis livres (Qⁿ). Resultados similares foram obtidos para a FE Si-Zr(PMODS)ec. Além disso, as FE capecadas apresentaram redução das bandas correspondentes aos grupos hidroxila residuais totais, observada pela espectroscopia de infravermelho (IV).

As propriedades cromatográficas das fases estacionárias capecadas foram avaliadas através dos testes de Engelhardt, Tanaka e SRM 870. É possível observar que a partir dos parâmetros avaliados (**Tabela 1**), há diminuição significativa dos grupos silanóis residuais para as fases capecadas, observado pela diminuição da assimetria de compostos básicos como a benzilamina e diminuição das razões $\alpha_{C/P}$ e $\alpha_{B/P}$, sem que os parâmetros de retenção fossem significativamente modificados.

A estabilidade química das FE, avaliada utilizando fase móvel metanol:0.05 mol/L K₂CO₃/KHCO₃, 70:30 (v/v), em pH 10 e 50 °C, apresentou incremento

após a reação de capecamento, comparável com fases estacionárias comerciais, o que sugere a sua aplicabilidade para separação de fármacos com características básicas utilizando fases móveis com essa faixa de pH.

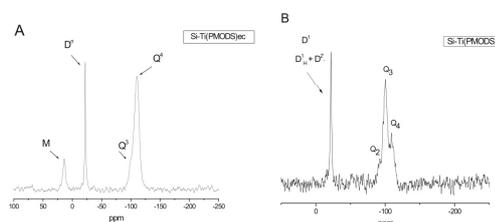


Figura 1. Espectros de RMN de ²⁹Si das fases Si-Ti(PMODS) após (A) e antes (B) da reação de capecamento.

Tabela 1. Parâmetros cromatográficos para o teste de Tanaka obtidos para as FE antes e após a reação de capecamento. As letras ec representam as FE capecadas.

FE	Parâmetros cromatográficos				
	α_{CH2}	$\alpha_{T/O}$	$\alpha_{C/P}$	$\alpha_{B/P(7,6)}$	$\alpha_{B/P(2,7)}$
Si-Zr(PMODS)	1,2	1,3	1,4	0,8	2,1
Si-Zr(PMODS)ec	1,1	1,2	0,3	0,6	1,7
Si-Ti(PMODS)	1,3	1,6	0,7	2,0	1,8
Si-Ti(PMODS)ec	1,1	1,2	0,4	1,3	1,4

Conclusões

A reação de capecamento utilizando os reagentes hexametildisilazano e trimetilclorosilano diminuiu os grupos hidroxilas residuais nas FE Si-Ti(PMODS)ec e Si-Zr(PMODS)ec, o que foi comprovado pelos testes espectroscópicos e cromatográficos, além de aumentar significativamente a estabilidade química das FE frente a fases móveis alcalinas, sugerindo sua aplicação na análise de fármacos básicos.

Agradecimentos

CNPq e FAPESP pelas bolsas concedidas e pelo apoio financeiro.

¹ Faria, A. M.; Collins, K.E. e Collins C.H. *J. Chromatogr. A* **2006**, *1122*, 114.

² D. Fonseca, K.E. Collins e C.H. Collins, *J. Chromatogr. A* **2004**, *1030*, 209.

³ C.H. Collins, C.R. Silva, A.M. Faria, K.E. Collins e I.C.S.F. Jardim, *J. Braz. Chem. Soc.* **2009**, *20*, 604.