

Fases estacionárias para HPLC usando uma mistura de PMODS e PDMS. Aplicações

Elias Severo da Silva Júnior¹ (PG), Carol H. Collins¹ (PQ)*

*e-mail: chc@iqm.uicamp.br

Departamento de Química Analítica. Universidade estadual de Campinas. Caixa postal 6145. Cep 13083-970.

Palavras Chave: fases estacionárias, poli(dimetilsiloxano) e poli(metiloctadecilsiloxano)

Introdução

O desenvolvimento de fases estacionárias (FE) de alta qualidade e equipamentos de alto desempenho se apresentam como fatores primordiais para o crescente interesse de pesquisas e aplicações em Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (CLAE). O desenvolvimento da FE resulta em avanços tanto em eficiência quanto em especificidade das separações. O desenvolvimento da CLAE como método eficaz de separação sempre esteve relacionado à síntese de materiais adequados para o enchimento de colunas cromatográficas. A excelente estabilidade mecânica da sílica pode ser combinada com a não-reatividade química e seletividade única das resinas orgânicas por imobilização de um polímero na matriz sílica formando um material compósito polímero-sílica. A seletividade do material produzido pode variar de acordo com as funcionalidades dos agregados na nova FE, podendo, assim, serem usados em CLAE a fim de separar uma ampla faixa de diferentes analitos. O nosso laboratório vêm realizando experimentos e desenvolvendo metodologias a fim de uma modificação da superfície da sílica com óxidos de metais de transição para várias finalidades incluindo a sua utilização como suporte cromatográfico, pois através da mistura física entre sílica e zircônia ou titânia aumenta-se a estabilidade química no suporte cromatográfico. Este trabalho visa verificar aplicações nas FE para uso em CLAE de fase reversa com uma mistura de poli(dimetilsiloxano) e poli(metiloctadecilsiloxano), respectivamente, PDMS e PMODS.

Resultados e Discussão

As FE foram preparadas com a sílica metalizada de 5 µm de diâmetro de partícula, ativada a 150 °C por 24 h, utilizando uma mistura primeiro acrescida de PMODS e depois PDMS. As FE SiTi(PMODS + PDMS) – excesso 50 % PDMS e SiZr(PMODS + PDMS) – excesso 50 % PDMS foram aplicadas na separação de algumas classes de compostos, tais como agrotóxicos e fármacos. A potencialidade destas fases foi avaliada pela capacidade de separação de compostos que normalmente são difíceis de serem separados e eluídos com bom

desempenho cromatográfico em FE disponíveis comercialmente. Em todas as avaliações, colunas cromatográficas, de 60 mm x 3,9 mm de d.i., foram recheadas com as FE. Uma coluna comercial (Discovery C₁₈, 5 µm de diâmetro de partículas em uma coluna de 150 x 4,6 mm) recheada com FE quimicamente ligada foi utilizada para critério de comparação. A coluna Discovery C₁₈ apresentou excelente separação dos agrotóxicos, no entanto, o tempo total de análise foi o dobro do tempo gasto para eluição destes compostos nas FE preparadas. A coluna Discovery C₁₈ apresentou separação parcial dos fármacos, pois não identificou o composto ibuprofeno, além do maior tempo de análise (25 minutos). Já a FE SiZr(PMODS + PDMS) – excesso 50 % PDMS, realiza a separação completa com o tempo de análise de 15 minutos. A melhor separação foi realizada pela FE SiTi(PMODS + PDMS) – excesso 50 % PDMS, com um tempo de análise de 11 minutos. A separação de outra mistura de fármacos contendo um composto ácido (ácido acetilsalicílico) e dois ligeiramente básicos (paracetamol e cafeína) também foi avaliada pelas FE SiTi(PMODS + PDMS) – excesso 50 % e FE SiZr(PMODS + PDMS) – excesso 50 % e comparada à separação obtida pela Discovery C₁₈. As três fases apresentaram boa seletividade na separação destes compostos, com eluições rápidas.

Conclusões

As FE SiTi(PMODS + PDMS) – excesso 50 % PMDS e SiZr(PMODS + PDMS) – excesso 50 % PMDS, sorvidas e imobilizadas por tratamento térmico, apresentam potencialidade na separação de diferentes classes de compostos, tais como agrotóxicos e fármacos. Todavia, as características distintas não impedem as aplicações das duas FE em situações similares como separações de compostos dificilmente separados por FE comerciais.

Agradecimentos

CNPq e FAPESP