

Avaliação das fases estacionárias de poli[dimetilsiloxano-co-(3-aminopropil) metilsiloxano] recoberto em sílica para uso em cromatografia líquida de alta eficiência.

Lucas O. Silva*, Carla B.G. Bottoli

Resumo

Esse trabalho descreve o estudo da influência do tempo de sorção e do tratamento térmico sobre os parâmetros cromatográficos das fases estacionárias (FE) com suporte de sílica e recobertas com o polímero poli[dimetilsiloxano-co-(3-aminopropil) metilsiloxano]. Os períodos de sorção aplicados foram de 1, 10, 30 e 60 dias, ou seja, tempo de descanso após o recobrimento do polímero na sílica. Após este período foram feitos tratamentos térmicos (170°C por 16 horas) para promover a imobilização do polímero sobre a sílica. A avaliação da cromatográfica ocorreu por meio da separação da mistura de Tanaka.

Palavras-chave:

Cromatografia líquida; Fases estacionárias; Poli[dimetilsiloxano-co-(3-aminopropil) metilsiloxano]

Introdução

A cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) é uma técnica de separação de componentes de uma mistura. A principal vantagem da CLAE é a capacidade de realizar separações em uma grande variedade de misturas contendo diversos compostos. O desenvolvimento de novas fases estacionárias é fundamental para o progresso da CLAE e, neste sentido vários enfoques são empregados pelos pesquisadores. Nos últimos anos, um destes enfoques tem sido no recobrimento da sílica com uma camada de polissiloxano. Sabe-se que a imobilização de polímeros sobre a sílica é um processo complexo influenciado por diferentes tipos de interações adsorptivas. O principal objetivo deste trabalho foi avaliar a influência do tempo de sorção e do tratamento térmico sobre os parâmetros cromatográficos, no preparo da fase estacionária PMDS-co-(3-aminopropil)-metilsiloxano recoberto na sílica.

Resultados e Discussão

Para a avaliação cromatográfica utilizou-se a mistura de Tanaka B (MT B) composta por uracila, cafeína e fenol na eluição com a fase móvel (FM) MeOH:H₂O 30:70 (v/v)¹. A MT B nestas condições possibilita avaliar a capacidade de formação de ligação de hidrogênio entre cafeína e possíveis silanóis remanescentes do suporte (sílica). A avaliação do grau de recobrimento dos silanóis residuais ocorre por meio da razão entre os fatores de separação da cafeína e do fenol (α C/F). Todas as FE preparadas neste trabalho tiveram a seguinte ordem de eluição: Uracila, Cafeína e Fenol. Esta ordem mostrou que, aparentemente, o recobrimento dos silanóis residuais não depende do tempo de sorção e do tratamento térmico. Por outro lado, observou-se que as fases que passaram pelo tratamento térmico após o recobrimento do polímero na sílica apresentaram os menores valores de α C/F indicando que o tratamento térmico reduz a atividade silanofílica, diminuindo a capacidade da FE em estabelecer ligações de hidrogênio. Outro resultado obtido neste trabalho foi a confirmação de que o tratamento térmico influencia apenas em períodos de sorção inferiores a 30 dias, ou seja, a adsorção do polímero é lenta à temperatura ambiente e pode ser acelerada com o tratamento

térmico. A Figura 1 mostra o cromatograma obtido para uma das fases estacionárias avaliadas.

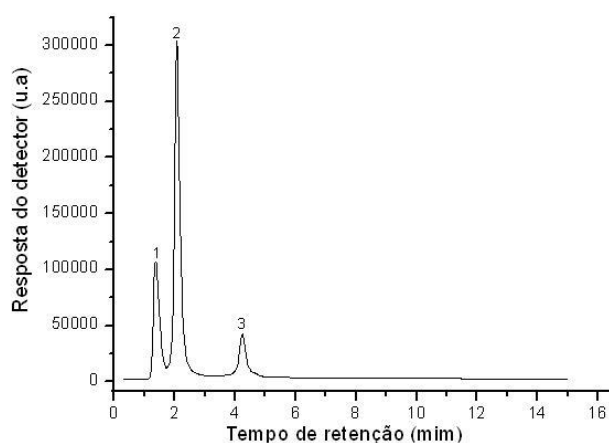


Figura 1. Cromatograma da mistura de Tanaka B da FE com período de sorção de 10 dias e posterior tratamento térmico de 170°C por 16h. Condições cromatográficas: fase móvel MeOH:H₂O 30:70 (v/v); vazão 0,3 μ L min⁻¹; volume de injeção 5 μ L. Detecção UV em 254 nm. Analitos: (1) uracila, (2) cafeína, (3) fenol.

Conclusões

O tratamento térmico influencia nos parâmetros cromatográficos quando realizado em um período inferior a 10 dias após o preparo da fase estacionária. Após esse tempo a utilização deste tratamento não influencia nestes parâmetros.

Agradecimentos



¹ Kimata, K.; Iwaguchi, K.; Onishi, S.; Jinno, K.; Eksteen, R.; Hosoya, K.; Araki, M.; Tanaka, N. Chromatographic characterization of silica C18 packing materials. Correlation between a preparation method and retention behavior of stationary phase. *Journal of Chromatographic Science*, v. 27, p. 721-728, 1989.