

## Implementação de um Detector Eletroquímico a um Sistema de Eletroforese Capilar

Palavras-Chave: eletroforese capilar, impressão 3D, desacoplador

Autores:

Elizângela A. Moraes-Sanchez, IQ- Unicamp

Prof. Dr. José A. F. da Silva (orientador), IQ- Unicamp

### INTRODUÇÃO:

A eletroforese capilar<sup>[1]</sup> (CE) é uma técnica de separação baseada nas diferenças de mobilidade dos íons quando submetidos a ação de um campo elétrico<sup>[1]</sup>. E ao injetarmos uma solução de analito imerso em eletrólito e o submetemos a uma diferença de potencial, um campo elétrico é gerado e os íons migram sob o efeito desse campo e a separação dos componentes presentes na solução dentro do capilar de sílica ocorre<sup>[1,2,3]</sup>.

Na Figura 1, temos um desenho<sup>[2]</sup> esquemático do equipamento de CE.

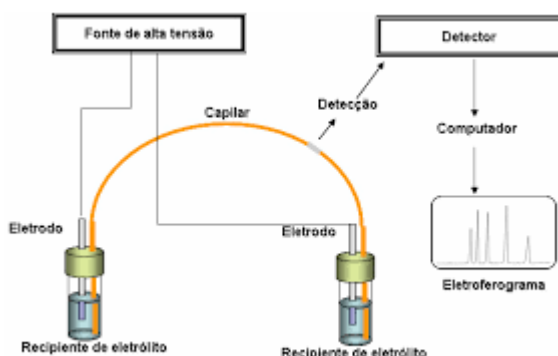


Figura 1: Esquema<sup>[2]</sup> de um equipamento de CE

Várias estratégias de detecção são utilizadas em CE, sendo a detecção por absorção por radiação na região do UV-VIS a mais difundida. Entretanto, a detecção eletroquímica possui uma excelente detectabilidade e a seletividade pode ser ajustada através do potencial aplicado ao eletrodo de trabalho.

Contudo, a detecção amperométrica é negativamente afetada pelos altos potenciais de separação utilizados em CE, podem chegar a 30 kV, com conseqüente aumento de ruído e, em casos extremos, com danos ao circuito eletrônico do potenciostato. Para minimizar o efeito que o campo elétrico causa no equipamento, nós utilizamos desacopladores<sup>[4]</sup> de campo elétrico, que foram construídos diretamente sobre os capilares de sílica com o uso de um laser de CO<sub>2</sub>.

Logo, este presente trabalho tratará sobre a construção desses desacopladores<sup>[4]</sup> e apresentaremos também a construção de um suporte para imobilizar o desacoplador, já que, ao receber o laser de CO<sub>2</sub> o capilar de CE fica vulnerável a quebras.

## **METODOLOGIA:**

A fabricação do desacoplador de campo elétrico foi efetuada em um capilar de sílica de 50 cm de comprimento com diâmetro interno de 75 µm. Foram feitos, com um laser de CO<sub>2</sub> de potência 12 W e velocidade de 10% da velocidade total, 10 orifícios na região próxima a extremidade do capilar. Esses orifícios podem ser observados na Figura 2.



Figura 2- Orifícios no capilar.

A película de acetato de celulose foi preparada utilizando 100 mL de acetona e uma massa de 0,0528 g de acetato de celulose. Essa solução foi aplicada nos orifícios e esperou-a secar.

Usamos também uma impressora 3D ANYCUBIC Photon (Anycubic, Shenzhen, China) equipada com uma tela de LCD e uma resina verde 3D Printing UV (405 nm) Sensitive resin com a finalidade de construirmos um suporte para imobilizar os desacopladores, pois, eles ficavam susceptíveis a quebras.

Foram usadas placas de acrílico (PMMA) e uma cortadora a laser de CO<sub>2</sub> para a construção da cela eletroquímica.

## **RESULTADOS E DISCUSSÃO:**

Os desacopladores, Figura 2, impediam que a corrente elétrica passasse de uma extremidade a outra do capilar minimizando o efeito que o campo elétrico gerado por essa corrente ocasionava no potenciostato. Logo, com a finalidade de que uma taxa pequena de corrente passasse gerando um campo elétrico baixo, sob os desacopladores foi colocado uma membrana de acetato de celulose com a finalidade de formar um filme permeável a íons que possibilitasse a passagem dessa taxa pequena de corrente.

Os resultados obtidos com o desacoplador e com a película de celulose, estão expressos na Tabela 1.

Tabela 1: Valores de potencial e corrente

Potencial (kV)	Corrente ( $\mu\text{A}$ )	Desvio Padrão
5,0	4,8	0,1
10,0	10,3	0,1
15,0	16,5	0,2
20,0	23,7	0,4
25,0	33,1	0,7

Composição do eletrólito: MES/HIS 20mM

Na Tabela 1 apresentamos os resultados do potencial e da corrente utilizando o desacoplador. Variou-se o potencial elétrico 5 vezes, iniciando em 5 kV até 25 kV. Com o aumento do potencial, verificou-se o aumento da corrente elétrica, logo, os desacopladores com a película permitiram passagem de corrente.

Com os dados da Tabela 1, plotamos o gráfico da Figura 3:

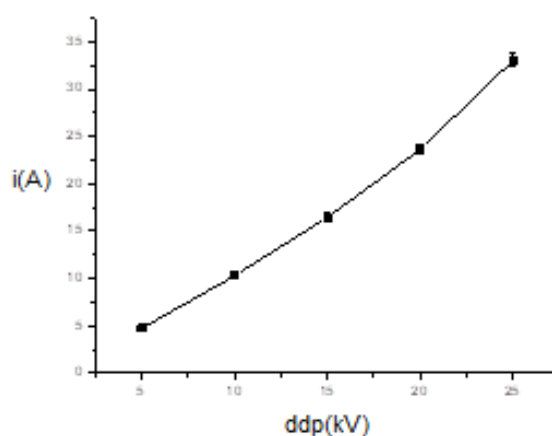


Figura 3: Corrente versus ddp

O passo seguinte a construção do desacoplador de campo elétrico foi a construção de um suporte para imobilizar o desacoplador porque os orifícios deixaram o capilar de sílica susceptível a rupturas, dificultando o manuseio, Figura 4.



Figura 4: Suporte para o capilar (verde).

O suporte verde, Figura 4, foi construído com o auxílio de uma impressora 3D. Nele observamos o capilar de CE posicionado no centro do suporte.

Além do suporte fizemos também uma cela eletroquímica com dimensões apropriadas para que coubesse embaixo do suporte.

Para essa construção foram utilizadas duas placas de acrílico em formato “sanduíche” com um orifício no centro para que pudesse acomodar o eletrodo e servisse como um reservatório para o analito. Fios de cobre foram soldados ao eletrodo Figura 5 e na Figura 6 temos o conjunto completo pronto para uso.

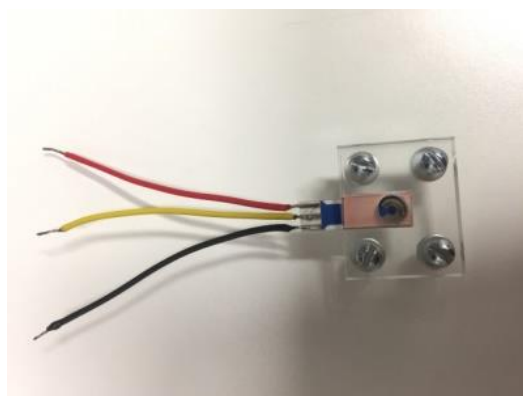


Figura 5: Cella eletroquímica

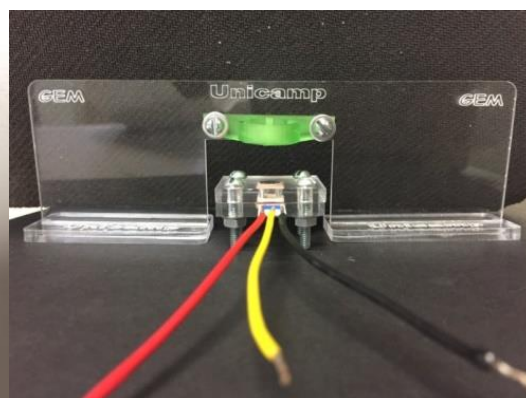


Figura 6: Conjunto completo

Na Figura 6, observamos o conjunto completo do suporte para o desacoplador e a cela eletroquímica devidamente posicionada embaixo do suporte.

Após todo conjunto ter ficado pronto, eles foram testados no equipamento de CE não comercial. Para isso foram preparados soluções de ferrocianeto e ferricianeto de potássio ( $5 \text{ mmol L}^{-1}$  cada um) em KCl a  $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ .

O gráfico resultado desta análise está representado na Figura 7.

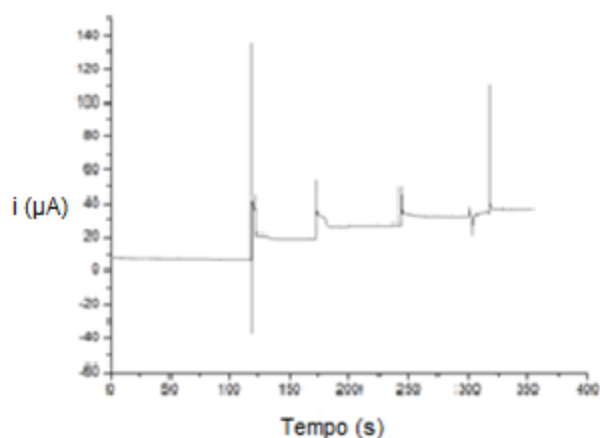


Figura 7 – Corrente versus tempo

## CONCLUSÕES:

Através dos resultados definimos que de 20 kV trata-se do melhor potencial para trabalho.

Além disso, esta variação de ddp mostrou que o desacoplador com a película de celulose, permitiu passagem de corrente elétrica.

O conjunto desacoplador e membrana de acetato de celulose funcionaram corretamente, o desacoplador permitiu uma pequena passagem de corrente elétrica e com isso não gerou um campo elétrico grande que poderia prejudicar o funcionamento do potenciostato.

A construção do desacoplador de campo elétrico foi concluída e ela possibilita a análise de fármacos, por exemplo.

---

## BIBLIOGRAFIA

- [1] da Silva, J. A. F. Detecção eletroquímica em eletroforese capilar. *Química Nova*, **2003**, 26, 56-64.
- [2] Caon, K. Estudo da interação da série homóloga dos p-Hidroxibenzoatos de alquila com micela aniônica utilizando eletroforese capilar. Trabalho de conclusão de curso, UFSC, 2008.
- [3] Harris, D. C. *Análise Química Quantitativa*. LTC, 2012
- [4] Osbourn, D. M. Lunte, C. E., Cellulose Acetate Decoupler for On-Column Electrochemical Detection in Capillary Electrophoresis. *Analytical Chemistry*, **2001**, 73, 5961-5964.