



UNICAMP

COLUNAS MONOLÍTICAS BASEADAS EM 2-DIETILAMINOETILMETACRILATO E BUTILMETACRILATO PARA USO EM ELETROCROMATOGRAFIA CAPILAR

Walkyria M. de Aquino (IC)*, María de Jesús S. G. Ponce (PG), Carla B. G. Bottoli (PQ)

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

*g065069@iqm.unicamp.br

Introdução

➤ A Eletrocromatografia Capilar (CEC) é uma técnica analítica de separação que combina a alta eficiência da eletroforese capilar (CE) e a seletividade da Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (HPLC).

➤ As separações são influenciadas por vários parâmetros incluindo voltagem aplicada, composição da fase móvel, tipo de tampão, temperatura da coluna, dimensões do capilar e a fase estacionária.

Objetivos

- Desenvolvimento de fases estacionárias monolíticas para uso em CEC.
- Avaliação do butilmetacrilato e 2-dietilaminometacrilato como monômeros precursores de preparo das fases estacionárias.
- Avaliação da proporção de diferentes agentes porogênicos na mistura de preparo das fases estacionárias.

Parte Experimental

❖ Pré-tratamento do capilar

✓ Preencher o capilar de sílica fundida recoberto com poliimida (75 mm d.i.) com NaOH 1 mol L⁻¹ levar ao forno por 2 h à 95 °C. Lavar com H₂O e metanol. Deixar sob fluxo de nitrogênio por 1h.

✓ Preencher o capilar com 3-(trimetóxisilil)propilmetacrilato:dimetilformamida 1:1 V/V. Levar ao forno à 100 °C por 8 h. Lavar com DMF e metanol e deixar sob fluxo de nitrogênio por 1h.

❖ Síntese do monolito

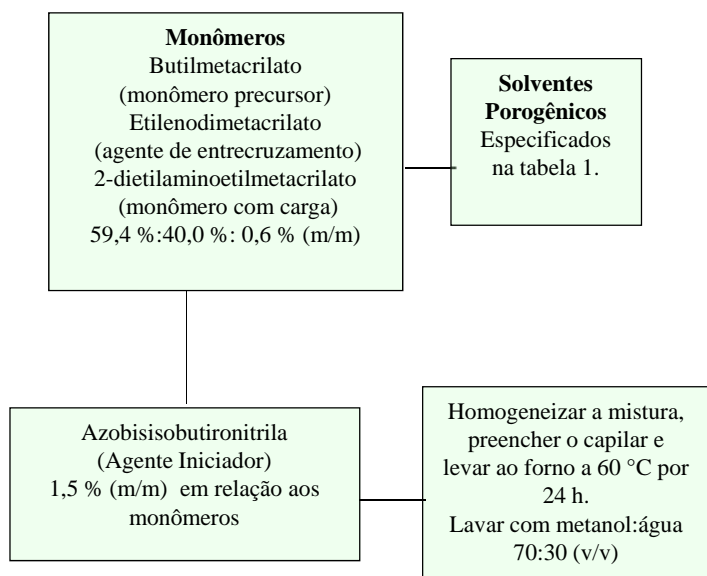


Tabela 1: Estudo da proporção dos solventes porogênicos usados na síntese dos monolitos.

Capilar	Solventes:monômeros (mg)	Solventes porogênicos (m/m)
1 e 2	1200:800	10 % água deionizada, 64 % 1-propanol, 26 % 1,4-butanodiol.
3	600:800	10 % água deionizada, 64 % álcool isoamílico, 26 % 1,4-butanodiol.
4 e 7	600:800	25 % 1-propanol, 75 % 1,4-butanodiol.
6	600:800	50 % 1-propanol, 50 % 1,4-butanodiol
8, 13 e 15	1200:800	10 % água deionizada, 20 % 1-propanol, 70 % 1,4-butanodiol.
9, 10 e 12	1200:800	5 % água deionizada, 10 % 1-propanol, 85 % 1,4-butanodiol.

Resultados

Em alguns capilares foi realizada a microscopia eletrônica de varredura. Com essa técnica pôde-se perceber a diferença entre capilares onde não houve formação de poros (figura 2) e capilares nos quais a formação de poros foi bastante evidente (figura 1).

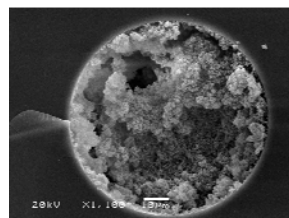


Figura 1: Microscopia eletrônica do capilar 1.

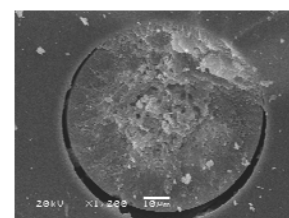


Figura 2: Microscopia eletrônica do capilar 2.

Conclusões

- ✓ As condições ideais para se obter um capilar com características estruturais de porosidade adequada para uso em CEC devem ser otimizadas.
- ✓ O tipo e a proporção dos solventes porogênicos são fundamentais para se obter monolitos porosos que permitam a passagem da fase móvel.

Agradecimentos

