# Preparação e caracterização de fases estacionárias monolíticas a partir de butilmetacrilato para uso em eletrocromatografia capilar.

**Mayra M. Roganti[1] (IC)*, María de Jesús S. G. Ponce (PG)[1], Carla B. G. Bottoli[1] (PQ).**

*Universidade Estadual de Campinas, Instituto de Química, C.P. 6154, CEP 13084-971, Campinas, SP, Brasil.*
**g045377@iqm.unicamp.br*

Palavras Chave: *monolito, butilmetacrilato, eletrocromatografia capilar.*

## Introdução

A Eletrocromatografia Capilar (CEC) tem se mostrado uma técnica de micro-separação promissora que combina a seletividade cromatográfica da Cromatografia Líquida de Alta Eficiência com a alta eficiência e miniaturização da Eletroforese Capilar. Em CEC uma diferença de potencial é aplicada nas extremidades dos capilares gerando um fluxo eletroosmótico que empurra a fase móvel através do capilar recheado com fases estacionárias, permitindo assim a separação de moléculas neutras através das interações diferenciais entre as fases móvel e estacionária. Entretanto, alguns problemas técnicos, incluindo o preparo de colunas, têm retardado o desenvolvimento e a implementação dessa técnica.
Desta forma, este trabalho teve como objetivo preparar e caracterizar colunas monolíticas poliméricas para uso em Eletrocromatografia Capilar.

## Resultados e Discussão

As colunas empregadas em CEC podem variar de 25 a 100 μm de diâmetro interno (d.i.). Neste trabalho foi empregado um capilar de 75 μm d.i.
O pré-tratamento do capilar foi feito preenchendo-o com hidróxido de sódio 1 mol $L^{-1}$ e colocando-o em um forno por 2 h a 95 °C. A seguir, lavou-se o capilar com água deionizada e acetona. Em seguida, o capilar foi preenchido com 3-(trimetóxisilil)propilmetacrilato em dimetilformamida na proporção 1:1 V/V, colocando-o no forno a 100 °C por oito horas.
Lotes de monolitos foram preparados preenchendo os capilares com uma mistura contendo 59,4 % m/m de butilmetacrilato (monômero precursor), 40 % m/m de etilenodimetacrilato (agente de entrecruzamento) e 0,6 % m/m de ácido 2-acriloilamido-2-metilpropanosulfóxido (monômero com carga) em solvente preparado com 10 % de água deionizada, 64 % de 1-propanol e 26 % de 1,4-butanodiol, sendo a proporção monômeros: solventes de 33:67 V/V. À essa mistura adicionou-se 12 mg de azobisisobutironitrila (agente iniciador), e a seguir, a mesma foi homogeneizada em banho de ultra-som. Após o preenchimento dos capilares, estes foram colocados em um forno a 60 °C por 24 h para ocorrer a polimerização. Após essa etapa, os capilares foram lavados com metanol:água 70:30 V/V, em uma bomba cromatográfica de alta pressão, a fim de retirar o solvente e lavar o polímero.
A uniformidade do preenchimento do monolito ao longo do capilar foi avaliado com o auxílio do microscópio ótico e a morfologia do monolito foi avaliada pela técnica de microscopia eletrônica de varredura. As fotomicrografias das partículas foram obtidas com resolução de até 1200 vezes. A figura 1 mostra uma fotografia de um dos capilares preparados.

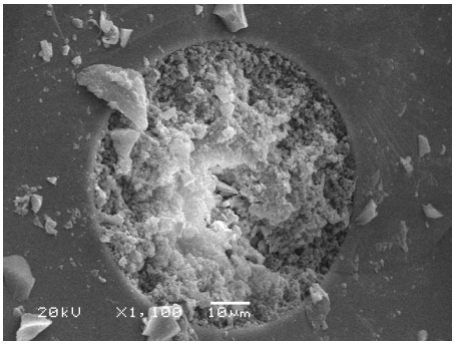


**Figura 1.** Fotomicrografias eletrônicas de varredura de uma das extremidades do capilar.

Pela figura nota-se que o monolito formado possui muitos poros devido ao solvente porogênico utilizado na síntese. O tamanho e a forma do poro são essenciais para obter altas eficiências cromatográficas. A avaliação ao longo do capilar mostrou uma estrutura contínua e uniforme do monolito.
Os problemas práticos enfrentados foram o entupimento de alguns capilares, provavelmente devido à formação de algumas estruturas sem formação de poros, e a quebra de capilares após o recheio, uma vez que o mesmo é muito sensível à força mecânica.

## Conclusões

Este estudo mostrou que é possível preparar colunas monolíticas a partir de butilmetacrilato com tamanhos de poros controlados e úteis para serem usadas em Eletrocromatografia Capilar.

## Agradecimentos

À FAPESP e CNPq pelas bolsas e pelo auxílio financeiro.