

Injeção térmica: uma nova proposta para introdução de amostra em eletroforese capilar.

Renata Mayumi Saito* (PG), Claudimir Lucio do Lago (PQ)

rmsaito@iq.usp.br

Instituto de Química, Universidade de São Paulo. Av. Prof. Lineu Prestes, 748. CEP 05508-900. São Paulo - SP.

Palavras Chave: eletroforese capilar, marcas térmicas, detecção condutométrica sem contato

Introdução

Os fenômenos envolvidos na geração de marcas térmicas em eletroforese capilar (CE) e sua aplicação na monitoração do fluxo eletroosmótico (EOF) foi demonstrado em trabalho anterior [1]. No presente trabalho, é apresentada uma nova forma de introdução de amostra no capilar, denominada injeção térmica, na qual não ocorre injeção da amostra propriamente dita. Nessa técnica, a coluna é totalmente preenchida com a amostra diluída no eletrólito de corrida e são aplicadas marcações térmicas que originam os sinais dos analitos. Nesse caso, a detecção é feita por um detector condutométrico sem contato [2].

Essa nova técnica torna-se particularmente interessante nas análises em microchip-CE, já que, nesse caso, são frequentes os problemas de introdução contínua da amostra devido à difusão no canal de separação durante a corrida, levando a instabilidade de linha base e redução da eficiência de separação.

Resultados e Discussão

Os experimentos foram realizados utilizando-se um equipamento de eletroforese capilar construído no próprio laboratório, com detector condutométrico sem contato (C^4D) operando em 550 kHz e 2 Vpp. O marcador térmico utilizado foi um resistor SMD de 15 Ω soldado sobre uma placa de circuito impresso. O aquecimento controlado foi feito através de aplicação de pequenos pulsos de 5 V por períodos de 100 a 500 ms.

A figura 1 mostra um eletroferograma de marcas térmicas em um eletrólito de corrida composto por NaCl 200 $\mu\text{mol L}^{-1}$ e KCl 200 $\mu\text{mol L}^{-1}$ em tampão MES/His 20 mmol L^{-1} (pH 6,0). Nesse caso, foram utilizados dois marcadores térmicos acionados simultaneamente.

Foi possível obter uma curva analítica correlacionando a intensidade do sinal da marca térmica dos analitos com sua concentração, a qual apresentou faixa de resposta linear de 10 $\mu\text{mol L}^{-1}$ a 1 mmol L^{-1} de sódio [$y = 39260(1501) + 1599(39)x$; $R = 0,995$; $N = 11$].

A mobilidade efetiva do Na^+ manteve-se praticamente constante, em torno de $52,7 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$ (28 °C) para baixas concentrações de Na^+ . Entretanto, acima de 200 $\mu\text{mol L}^{-1}$, sua mobilidade começou a decrescer em função do aumento da concentração.

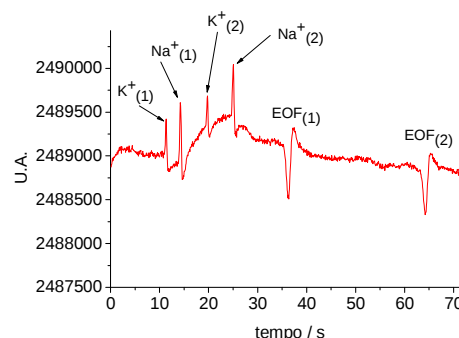


Figura1. Eletroferograma de marcas térmicas de Na^+ e K^+ . Índices (1) e (2) referem-se aos sinais gerados pelos marcadores térmicos 1 e 2, respectivamente.

A presença de concomitantes na amostra, no caso KCl, causou interferência na sensibilidade e na mobilidade do Na^+ . Assim, quanto maior a concentração de KCl, maior foi a sensibilidade para o Na^+ e menor sua mobilidade.

Esses problemas estão relacionados com a fronteira de concentração que se forma na região da marca térmica, cuja velocidade é dependente das concentrações das soluções que formam a interface da fronteira. Assim, a minimização desses problemas poderia ser obtida gerando-se marcas térmicas menos intensas.

Conclusões

Experimentos envolvendo a técnica de injeção térmica mostraram a possibilidade de separar algumas espécies através da geração de marcas térmicas. Também foi possível obter curvas analíticas com faixa de resposta linear entre 10 $\mu\text{mol L}^{-1}$ a 1 mmol L^{-1} . Embora tenham surgido algumas limitações quanto à presença de interferentes e à dependência da mobilidade em função da composição da amostra, os resultados obtidos até o momento são promissores em se tratando de uma técnica totalmente nova.

Agradecimentos

CNPq e FAPESP.

¹ Saito, R. M. *et al. Anal. Chem.* **2007**, 79, 215.

² da Silva, J. A. F. e do Lago, C.L. *Anal. Chem.* **1998**, 70, 4339.