

# Colunas monolíticas poliméricas preparadas a partir de octadecilmetacrilato: caracterização física e eletroforética

Valeska S. Aguiar<sup>1</sup>(PG)\*, Carla B. G. Bottoli<sup>1</sup>(PQ)

\*valeska\_saguiar@hotmail.com

<sup>1</sup>Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas-SP

Palavras Chave: monolitos, octadecilmetacrilato, CEC.

## Introdução

A Eletrocromatografia Capilar (CEC) é uma técnica de separação que combina a seletividade da Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (HPLC) e a alta eficiência e miniaturização da Eletroforese Capilar (CE). As colunas capilares usadas em CEC podem ser preenchidas por partículas ou por monolitos (orgânicos ou inorgânicos).

Ao contrário das colunas particuladas, em que o tamanho das partículas deve ser controlado para se obter melhores valores de eficiência cromatográfica, nas colunas monolíticas é o tamanho dos poros formados na fase estacionária que proporciona separações adequadas<sup>[1]</sup>.

Neste trabalho foram desenvolvidas colunas monolíticas orgânicas tendo como monômero precursor o octadecilmetacrilato. As fases estacionárias foram caracterizadas com parâmetros cromatográficos e porosimétricos.

## Resultados e Discussão

As colunas monolíticas (75 µm d.i.) foram sintetizadas com os seguintes monômeros: octadecilmetacrilato, etilenodimetacrilato e ácido 2-acrilolamido-2-metilpropanosulfóxido na seguinte proporção: 59,4:40,0:0,6% m/m. A esta mistura foi adicionado o agente porogênico, sendo, neste trabalho, investigado diferentes tipos e proporções: álcool isoamílico (A), 1,4-butanodiol (B), água (C), álcool amílico (D), cicloexanol (E). Diferentes solventes foram avaliados, buscando uma composição que proporcionasse uniformidade no preenchimento do monolito ao longo do capilar e separação adequada de uma mistura teste quando a coluna fosse avaliada em um equipamento de Eletroforese Capilar. O processo de polimerização dos monolitos foi ativado por tratamento térmico a 60 °C por 24 h.

Após o preparo das colunas monolíticas, estas foram avaliadas com uma mistura teste consistindo de alquilbenzenos (etilbenzeno, propilbenzeno, butilbenzeno e pentilbenzeno), além de um composto marcador, a tiourea. A fase móvel era composta de tampão Tris (25 mmol L<sup>-1</sup>, pH 8):acetonitrila 30:70% v/v. Os poros formados foram avaliados pelo método de adsorção de nitrogênio através de um porosímetro

ASAP 2010 (Micromeritics). A Tabela 1 mostra os resultados obtidos.

Em relação aos solventes porogênicos utilizados na síntese das fases estacionárias, nota-se que as maiores eficiências foram obtidas para as colunas preparadas sem água na composição da mistura dos monômeros e com a maior proporção de 1,4-butanodiol (35%). Além disso, as colunas com maiores eficiências apresentaram maiores volumes de poro.

**Tabela 1.** Eficiência cromatográfica e parâmetros porosimétricos das colunas do tipo C18.

Nº	N/L / m <sup>-1</sup>	Solventes porogênicos / %m/m					Área superficial / m <sup>2</sup> g <sup>-1</sup>	Volume de poro / cm <sup>3</sup> g <sup>-1</sup>
		A	B	C	D	E		
1	16000	75	25	-	-	-	1,719	0,0033
2	18000	70	30	-	-	-	11,110	0,0300
3	45000	65	35	-	-	-	8,251	0,0208
4	15000	75	15	10	-	-	4,891	0,0097
5	26000	70	20	10	-	-	1,806	0,0032
6	5000	60	30	10	-	-	1,976	0,0042
7	60000	-	35	-	65	-	3,430	0,0175
8	31000	-	35	-	-	65	20,250	0,0264

## Conclusões

Foram desenvolvidas fases estacionárias monolíticas a partir do monômero octadecilmetacrilato, com eficiência de separação de 60000 pratos/m. Observou-se que o tipo de solvente empregado na síntese tem efeito significativo no volume de poro e, conseqüentemente, na separação.

## Agradecimentos

FAPESP, CNPq, IQ-UNICAMP, LabCROM, GEM.

<sup>1</sup> Hilder, E. F.; Svec, F. e Fréchet, J. M. J. *J. Chromatogr. A* **2004**, 1044, 3-22.