

Preparo e aplicação de uma nova fase estacionária monolítica com grupos carboxílicos para eletrocromatografia capilar e μ -LC

Raquel G.C. Silva* (PQ), Maria J.S. Gutiérrez Ponce (PG), César R. Silva, Carla B.G. Bottoli (PQ), Carol H. Collins (PQ). * rgcsilva@iqm.unicamp.br

Instituto de Química, Departamento de Química Analítica (DQA), Universidade Estadual de Campinas. Caixa Postal 6154, CEP 13083-970, Campinas, SP, Brasil.

Palavras Chave: monolitos, cromatografia líquida capilar, eletroforese capilar, fases estacionárias.

Introdução

Atualmente, existe a necessidade de métodos e técnicas cromatográficas rápidas e eficientes para a realização de separações de compostos na ordem de poucos minutos. Para alcançar essas separações o uso de colunas monolíticas pode ser uma opção, já que elas podem ser utilizadas em um cromatógrafo convencional. O objetivo desse trabalho é o preparo, caracterização e aplicação de uma nova fase estacionária monolítica preparado pelo processo sol-gel (PSG) à base de sílica com grupos carboxílicos em sua estrutura e aplicação em duas técnicas: eletrocromatografia (CEC) e cromatografia líquida capilar (μ -LC).

Resultados e Discussão

A superfície interna dos capilares foi submetida a um pré-tratamento para exposição dos grupos silanóis reativos com NaOH 1 mol L⁻¹ e aquecimento em um forno por 2 h. Posteriormente houve a formação do monolito empregando a mistura reacional contendo 176 mg de polietilenoglicol (1000 g mol⁻¹), 180 mg de uréia em 2 mL de ácido acético 0,01 mol L⁻¹ e 800 μ L de tetrametoxissilano. A fase sol foi mantida a 0 °C e agitada, sendo posteriormente colocada em um tubo capilar de 50 μ m de diâmetro interno. O capilar foi condicionado a uma temperatura de 120 °C (2 h), sendo posteriormente lavado com água e metanol. A fase estacionária foi seca a 330 °C por 25 h. A síntese do agente sililante foi realizada a partir da mistura contendo ácido 4-aminobenzoico, trietoxipropilsilicatosilano e trietilamina em N,N-dimetilformamida. A nova coluna monolítica foi derivatizada utilizando-se solução 10 % do silano em dimetilformamida (6h, 60 °C).

A morfologia do monolito pode ser observada na Figura 1, que mostra as micrografias obtidas com diferentes aumentos, utilizando-se microscopia eletrônica de varredura.

A coluna monolítica foi testada eletroforéticamente injetando-se uma mistura de fármacos em um sistema de eletroforese capilar equipado com um detector por arranjo de diodos. A mistura foi injetada a 5 kV por 10 s. Paralelamente a coluna monolítica foi utilizada na separação da mistura de fármacos em um cromatógrafo à líquido capilar Agilent (série 1200) com detector por arranjo de diodos (Fase

móvel: ACN:H₂O (50:50), V_{inj} = 0,05 μ L, λ = 514 nm, vazão: 5 μ L min⁻¹).

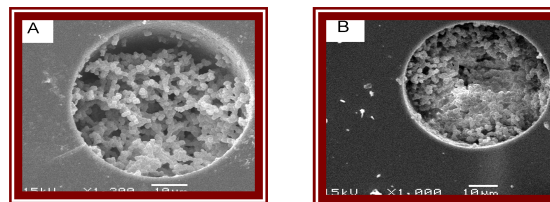


Figura 1. Micrografias do monolito no interior do capilar de 50 μ m.

A Figura 2 compara as separações obtidas com CEC e μ -LC nas primeiras tentativas de separar uma mistura de fármacos (5 mmol L⁻¹). Alguns picos foram separados, faltando um aperfeiçoar as fases móveis.

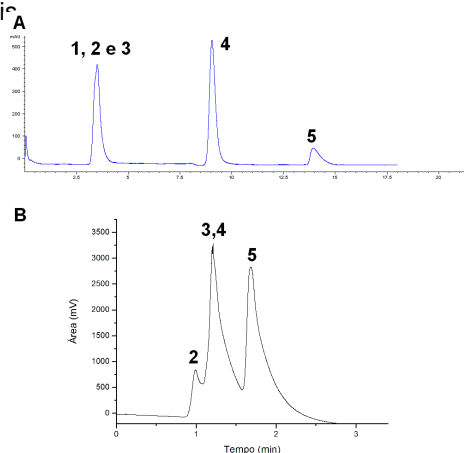


Figura 2. Eletrocromatograma (A) e cromatograma (B) de uma mistura contendo (1) tiourea, (2) paracetamol, (3) fenacetina, (4) propanolol e (5) atenolol.

Conclusões

Os resultados iniciais mostraram que houve a formação do monolito no interior do tubo capilar, sendo a mistura de fármacos separada satisfatoriamente por eletrocromatografia e cromatografia líquida capilar.

Agradecimentos

Fapesp, Capes e IQ – Unicamp.