

Avaliação da influência da concentração de polietilenoglicol na preparação de monolitos de TiO₂ para cromatografia líquida capilar

Carla G. A. da Silva (PQ)^{*}, Carol H. Collins (PQ) e Carla B. G. Bottoli (PQ)

(*carlag@live.com)

¹Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP, Brasil.

Palavras Chave: monolitos de titânia, cromatografia líquida capilar, fases estacionárias monolíticas, microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Introdução

A cromatografia líquida capilar (cLC) apresenta grande potencial para separação de várias classes de compostos, especialmente biomoléculas, com algumas vantagens, como alta eficiência, resolução, e um baixo consumo de amostra. Nos últimos anos, monolitos tem sido amplamente utilizados como fases estacionárias (FE) para cLC, por apresentarem algumas vantagens, como fácil preparação, alta permeabilidade dos materiais, rápida transferência de massa e baixa *backpressure*.¹ Além disso, a preparação dos monolitos não exige o uso de *frits* para isolamento da FE.

Esse trabalho teve como objetivo avaliar o efeito da concentração de polietilenoglicol (PEG) na preparação de FE monolíticas capilares a base titânia para uso em cromatografia por interações hidrofílicas (HILIC).

As colunas capilares foram sintetizadas através do processo sol-gel, utilizando PEG (MW = 10.000 g/mol) como agente porogênico e tetrabutóxido de titânio como agente precursor.

O efeito da concentração de PEG foi investigado utilizando cinco diferentes concentrações: 0,25, 0,5, 1,0, 2,5, 5,0 e 6 × 10⁻³ mol/L, mantendo quantidades fixas de ácido acético (2 mol/L), água (1 mol/L) e tetrabutóxido de titânio (1 mol/L).

Resultados e Discussão

As fases estacionárias baseadas titânia foram caracterizadas por testes físicos para determinação da área superficial específica, volume específico e diâmetro de poros, microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia de absorção na região do infravermelho (FTIR), análise elementar e termogravimetria.

A FTIR dos monolitos produzidos não apresentou diferenciação de bandas características (Figura 1): estiramento OH da água residual e dos sítios Ti-OH presentes nos monolitos pode ser observada na região em torno de 3400 cm⁻¹. A deformação H-O-H da água adsorvida é observada em torno de 1630 cm⁻¹. A banda em forma de ombro em torno de 1000 cm⁻¹ pode ser atribuída ao estiramento Ti-O-Ti.²

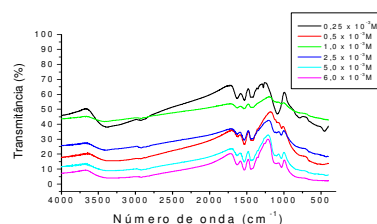


Figura 1. Espectro de FTIR dos monolitos de TiO₂.

A morfologia dos monolitos produzidos foi avaliada por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Imagens foram obtidas em três diferentes magnificações: 300 X, 1000 X e 5000 X (Figura 2). Os materiais com 2,5 × 10⁻³ mol/L apresentaram morfologia mais adequada para serem explorados em cromatografia líquida de interação hidrofílica (HILIC), com formas esféricas de 5-10 μm de diâmetro.

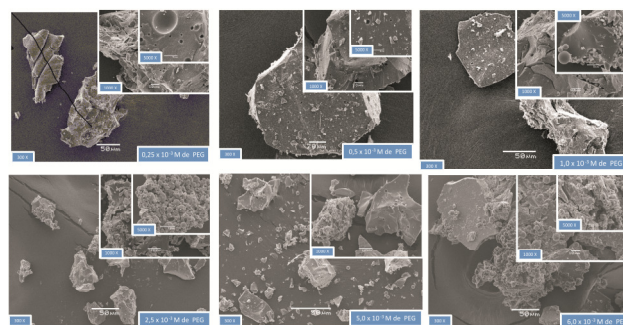


Figura 2. Microscopia eletrônica de varredura (MEV) dos monolitos de TiO₂. O menor quadrado a direita representa a magnificação de 5000 X.

Conclusões

A partir dos resultados de morfologia dos monolitos produzidos por MEV foi possível observar que a concentração ótima de PEG para produção dos monolitos é de 2,5 × 10⁻³ mol/L do polímero, mantendo quantidades fixas de ácido acético (2 mol/L), água (1 mol/L) e tetrabutóxido de titânio (1 mol/L).

Agradecimentos

CNPq, FAPESP e INCT-Bioanalítica.

¹ Liang, Y.; Zhang, L.; Zhang, Y. *Anal. Bioanal. Chem.* **2013**, *405*, 2095.

² Zhu, J.; Yang, D.; Geng, J. *J. Nanopar Res.* **2008**, *10*, 729.