

Avaliação do desempenho de uma coluna monolítica para aplicações cromatográficas em escala capilar

Rafael Marques^{1*} (PG), Marccone Augusto Leal de Oliveira¹ (PQ)

¹Universidade Federal de Juiz de Fora

*rafamrqs@gmail.com

Palavras Chave: Fase estacionária monolítica, coluna capilar, separações cromatográficas, HPAs

Introdução

As colunas monolíticas são constituídas por uma fase estacionária unitária, contínua e porosa que tem se apresentado como alternativa aos tradicionais materiais particulados das colunas empacotadas, permitindo a redução das dimensões das colunas ao nível capilar, sem comprometer a permeabilidade da fase móvel e a área superficial que suporta os sítios de interação¹.

O objetivo deste trabalho é demonstrar a aplicabilidade de uma coluna monolítica capilar em cromatografia a líquido.

A coluna foi preparada² a partir da fotopolimerização do monômero metacrilato de 3-(trimetoxisilil)-propil em capilares de sílica fundida (100 μm d.i.) com revestimento externo de fluoropolímero e utilizada na separação de uma mistura de cinco hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPAs).

As análises foram feitas em um equipamento de eletroforese capilar convencional, com dois tipos de fluxo de fase móvel estudados. Para o fluxo eletrosmótico (eletrocromatografia capilar) foi utilizada uma diferença de potencial (-20 kV) entre os dois eletrodos, enquanto que para o hidrodinâmico (cromatografia a líquido), apenas aplicação de pressão em um dos vials.

Resultados e Discussão

Foram avaliados dois níveis de pressão: 2,0 e 5,0 bar. Com a aplicação de 2,0 bar foi possível obter um cromatograma semelhante ao eletrocromatograma obtido por aplicação de -20 kV, com separação dos 5 HPAs (Figura 1). Entretanto, a linha base apresentou um platô após o último pico com o uso de pressão. Este fato precisa ser melhor investigado. Já com 5,0 bar não houve separação adequada dos analitos.

O tempo de retenção dos 5 analitos para as corridas com -20 kV e com 2 bar estão apresentados na Tabela 1. A velocidade do fluxo eletrosmótico foi de 5,1 cm/min com vazão de 1,3 $\mu\text{L}/\text{min}$. Já a velocidade do fluxo hidrodinâmico foi de 6,1 cm/min com vazão de 1,5 $\mu\text{L}/\text{min}$.

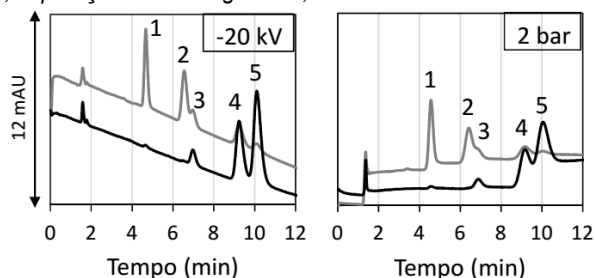


Figura 1. 1) naftaleno, 2) acenafteño, 3) fluoreno, 4) antraceno e 5) fenantreno; fase móvel: NH_4Ac 16,7 mmol L^{-1} (60%) e acetonitrila (40%); temp.: 20 °C; injeção: -25 mbar por 5 s; detecção: 220 nm (linha cinza) e 250 nm (linha preta). Capilar: 36 cm (8,5 cm efetivo e 8,0 cm de coluna).

Tabela 1. Tempo (min) médio de migração para 4 corridas em cada tipo de fluxo.

Picos	Eletrosmótico (-20 kV)	Hidrodinâmico (2 bar)
1	4,9 \pm 0,2	4,7 \pm 0,1
2	6,9 \pm 0,3	6,7 \pm 0,2
3	7,3 \pm 0,3	7,0 \pm 0,2
4	9,6 \pm 0,3	9,5 \pm 0,3
5	10,5 \pm 0,3	10,5 \pm 0,3

Conclusões

A coluna monolítica capilar se mostrou promissora para sua utilização em sistemas de cromatografia a líquido miniaturizados, desde que vazões de fase móvel tão baixas quanto as geradas por fluxo eletrosmótico sejam utilizadas nos sistemas capilares.

Agradecimentos

Os autores agradecem às agências de fomento CAPES, CNPq e FAPEMIG, pela bolsa de pós-graduação e financiamento dos projetos envolvidos.

¹ Svec, F., *J. Chromatogr. A*, **2010**, 1217, 902.

² Vaz, F. A. S.; Moutinho, A. D.; Rodrigues, J. P. F. de M.; de Araújo R. T.; Ribeiro, S. J. L.; Polachini, F. C.; Messaddeq, Y. e de Oliveira, M. A. L., *Microchem. J.*, **2012**, 100, 21.