

DESENVOLVIMENTO E AVALIAÇÃO DE MODULADORES MICROFLUÍDICOS LIVRE DE CONSUMÍVEIS PARA CROMATOGRAFIA GASOSA BIDIMENSIONAL ABRANGENTE

Orientador: Dr. Leandro Wang Hantao.

Unidade: Laboratório Nacional de Nanotecnologia (LNNano/CNPEM).

Contato: leandro.hantao@lnnano.cnpe.br / 019 3512-3566

RESUMO

A análise da fração volátil e semi-volátil de amostras complexas não é uma tarefa trivial em virtude de sua elevada quantidade de constituintes e sua ampla diversidade de propriedades físico-químicas. Dentre as técnicas de análise instrumental disponíveis atualmente, a cromatografia gasosa bidimensional abrangente (GC×GC) destaca-se com excelência para a separação, detecção e identificação de compostos orgânicos, sejam de amostras biológicas, alimentos ou derivados petroquímicos. Entretanto, atualmente, acreditamos que um dos principais fatores que ainda restringe o seu uso em análises rotineiras é o seu altíssimo gasto com consumíveis (*e.g.*, nitrogênio líquido). Logo, o presente projeto propõe o desenvolvimento e avaliação de moduladores microfluídicos livre de consumíveis como alternativa aos moduladores criogênicos disponíveis comercialmente.

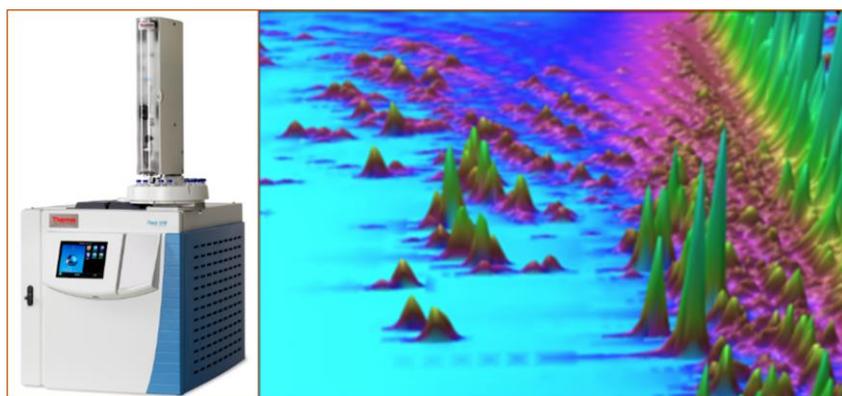


Figura 1. Ilustração de um cromatógrafo a gás TRACE 1310 (Thermo Scientific), no qual serão feitas modificações para realização de separações bidimensionais abrangentes. À direita está representado um exemplo de cromatograma GC×GC em sua forma tridimensional. Nela, cada pico representa uma substância química diferente. Esta técnica permite a detecção de inúmeras centenas de compostos em uma única análise.

Palavras-chave: automação, cromatografia gasosa bidimensional abrangente, instrumentação analítica, microfabricação, microfluídica.

1. INTRODUÇÃO

A caracterização química de misturas multi-componentes voláteis e semi-voláteis por técnicas analíticas instrumentais não é uma tarefa trivial em virtude de sua complexidade. Consequentemente, a obtenção de medidas instrumentais pode ser comprometida pela dificuldade de se gerar um sinal analítico ou espectro de massas puro. Uma alternativa que se enquadra perfeitamente neste contexto é a cromatografia gasosa bidimensional abrangente. Esta técnica emprega duas (ou mais) separações cromatográficas em fase gasosa sequencialmente. Originalmente introduzida em 1991 por Phillips e colaboradores, a cromatografia gasosa bidimensional abrangente (GC×GC) utiliza um cromatógrafo a gás modificado onde dois estágios consecutivos de separação por GC ocorrem pelo uso de duas (ou mais) colunas cromatográficas arranjadas sequencialmente. A **Figura 2** ilustra um sistema típico e simplificado para GC×GC.

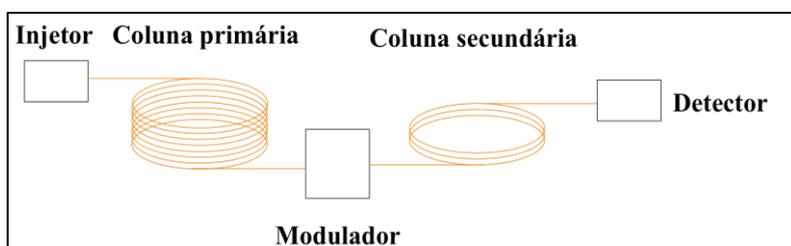


Figura 2. Representação de um sistema típico e simplificado para cromatografia gasosa bidimensional abrangente. Figura retirada de Hantao, L. W. Tese de Doutorado, IQ, Unicamp, 2014.

Neste sistema, a mistura complexa é introduzida na coluna primária na forma de uma banda estreita para resolução. Ao longo da separação cromatográfica na ¹D, os analitos são arrastados em direção à interface. Esta interface, denominada modulador, é responsável pelo contínuo fracionamento do efluente da ¹D e periódica transferência do eluato para a segunda dimensão (²D). A modulação no tempo é um processo contínuo e periódico ao longo de toda separação cromatográfica. Logo, todos os eluatos (ou frações representativas) da ¹D são sujeitos à separações adicionais *on-line* na ²D. Como resultado, a capacidade de pico de uma separação por GC×GC pode aumentar geometricamente em relação à cromatografia gasosa convencional (1D-GC).

Apesar do vasto potencial desta técnica de análise instrumental para caracterização química de compostos voláteis e semi-voláteis, a sua aplicabilidade em indústrias e centros de pesquisa se torna limitada em função do elevado custo de aquisição do equipamento. Além disso, outro agravante é o elevado consumo de gás nitrogênio (estimado entre 20-50 L·min⁻¹) e nitrogênio líquido (cerca de 2 a 6 L·min⁻¹) no processo de modulação. Logo, o presente projeto propõe o desenvolvimento e avaliação de moduladores microfluídicos livre de consumíveis como alternativa aos moduladores criogênicos disponíveis comercialmente.

2. OBJETIVOS

Este projeto tem como objetivo desenvolver um modulador térmico, simples e robusto em um dispositivo microfluídico. Para isso, (i) serão projetados e caracterizados independentemente sistemas de resfriamento e aquecimento; (ii) será estudado o desempenho de aquecimento/resfriamento destes dois módulos quando combinados num dispositivo microfluídico; e por fim (iii) avaliar a aplicabilidade deste protótipo em amostras não-sintéticas com composições distintas.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. Materiais

Para avaliar a aplicabilidade e o desempenho analítico dos dispositivos desenvolvidos neste projeto serão avaliadas amostras sintéticas e não sintéticas. Dentre as possíveis amostras sintéticas, cita-se como exemplo a análise de séries homólogas de *n*-alcanos, álcoois, ésteres metílicos de ácidos graxos (FAME), dentre outros.

Todas etapas do projeto serão realizadas nas instalações do Laboratório de Microfabricação (LMF). O desenho das microestruturas e canais de modulação serão feitos em software de projetos, CAD por exemplo. As máscaras, que serão utilizadas nos processos de fotolitografia, serão geradas no equipamento Heidelberg μ pg 101. Nas etapas de transferência de padrões e de microfabricação serão empregadas uma estação de *spin-coating*, chapas de aquecimento e fotoalinhadora Karl Suss MJB3. Para caracterização das estruturas serão utilizados microscópios ópticos e um perfilômetro Dektak-150. O controle e automação do modulador serão feitos empregando um microcontrolador de baixo custo, Arduino. A interface de controle e comunicação será programada, inicialmente, em linguagem Wiring (similar a C++) e Visual Basic.

3.2. Métodos

Brevemente, o aprisionamento dos analitos ocorrerá pela sorção dos analitos em uma fase estacionária espessa não-seletiva combinada a baixas temperaturas de operação para favorecer a constante de distribuição do analito no sistema bifásico. Já a dessorção dos analitos será feita termicamente pelo uso de sistemas de aquecimento resistivo microfabricados e de baixa massa térmica. Além disso, dentre os inúmeros parâmetros experimentais que serão avaliados e otimizados, destaca-se o estudo da geometria dos canais de modulação, pois este irão controlar a transferência de calor e, em especial, as velocidades lineares médias das bandas cromatográficas no modulador microfluídico. Já o sistema de aquecimento será utilizado na etapa de dessorção térmica das bandas cromatográficas. Para isso, serão projetadas e microfabricadas resistências no *microchip*.

A eficiência de dessorção e aprisionamento de analitos pela interface serão determinados em experimentos com aumento gradual de complexidade instrumental. Inicialmente, os sistemas de resfriamento e aquecimento serão caracterizados separadamente avaliando-se a potência e temperatura desejada. Em seguida, eles serão combinados para originar uma interface (“modulador”) de estágio único. Estes ensaios serão feitos no GC-FID. A medida da largura e formato dos picos cromatográficos será um indicador importante do desempenho do dispositivo. Por fim, uma vez aprimorado o processo de estágio único de aprisionamento/dessorção dos analitos, o projeto do protótipo de estágio único será empregado na microfabricação de um modulador térmico de dois estágios livre de consumíveis.

4. APOIO

analítica