

Componentes e Sistemas de Cromatografia Líquida. Parte I
Colunas Simples para Cromatografia de Baixa Pressão *

Kenneth E. Collins e Nilce Lopes Moura
Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas
Campinas, SP - Brasil
(Recebido em 12/9/77)

Sistemas cromatográficos comerciais resistentes, fáceis para limpar e convenientes para aplicação em pesquisa, são geralmente caros. Muitos sistemas cromatográficos simples (que podem ser feitos no próprio laboratório), têm grande volume-morto (o que restringe a resolução), e são muito limitados na velocidade do fluxo. Alguns são relativamente delicados e dificultam a limpeza. Mostraremos abaixo um plano básico para componentes cromatográficos simples e versáteis que podem ser prontamente desmontados para limpeza e também podem ser usados para sistemas cromatográficos envolvendo pressões de algumas atmosferas. (A modificação do anel de borracha descrita abaixo é útil para pressões até 10 atm). Vários sistemas que utilizam pressões abaixo de 1 atm são também descritos.

É possível obter tubos de polietileno, fabricados no Brasil (pela Metalúrgica Detroit, S.P.), em tamanhos que conectam satisfatoriamente no sentido ilustrado na

Fig. 1A. Por exemplo: tubos com diâmetro externo (D.E.) igual a 1/2" têm um diâmetro interno correto para acoplar tubos de D.E. 3/8". Da mesma forma tubos de 1/4" ajustam-se dentro de tubos de D.E. 3/8" e tubos de D.E. 1/8" ajustam-se dentro de tubos de D.E. 1/4". Este princípio de "acoplamento" pode ser usado também para conectar um pedaço de tubo de polietileno a um tubo de vidro, para construção de uma coluna cromatográfica (ver Fig. 1B). Para uma conexão permanente do tubo de polietileno no tubo de vidro (para o uso livre de vazamentos à pressões quase elevadas), a ponta do tubo de vidro é aquecida (cerca de 250°C) e pressionada para dentro do pedaço de tubo de polietileno, que deve estar bem reto e ter diâmetro apropriado.

(NOTA: Tubos de polietileno podem ser endireitados por breve aquecimento em banho-maria (90 - 100°C) e em seguida mantendo-os retos até o resfriamento total. Após várias tentativas uma excelente selagem entre o vidro e o

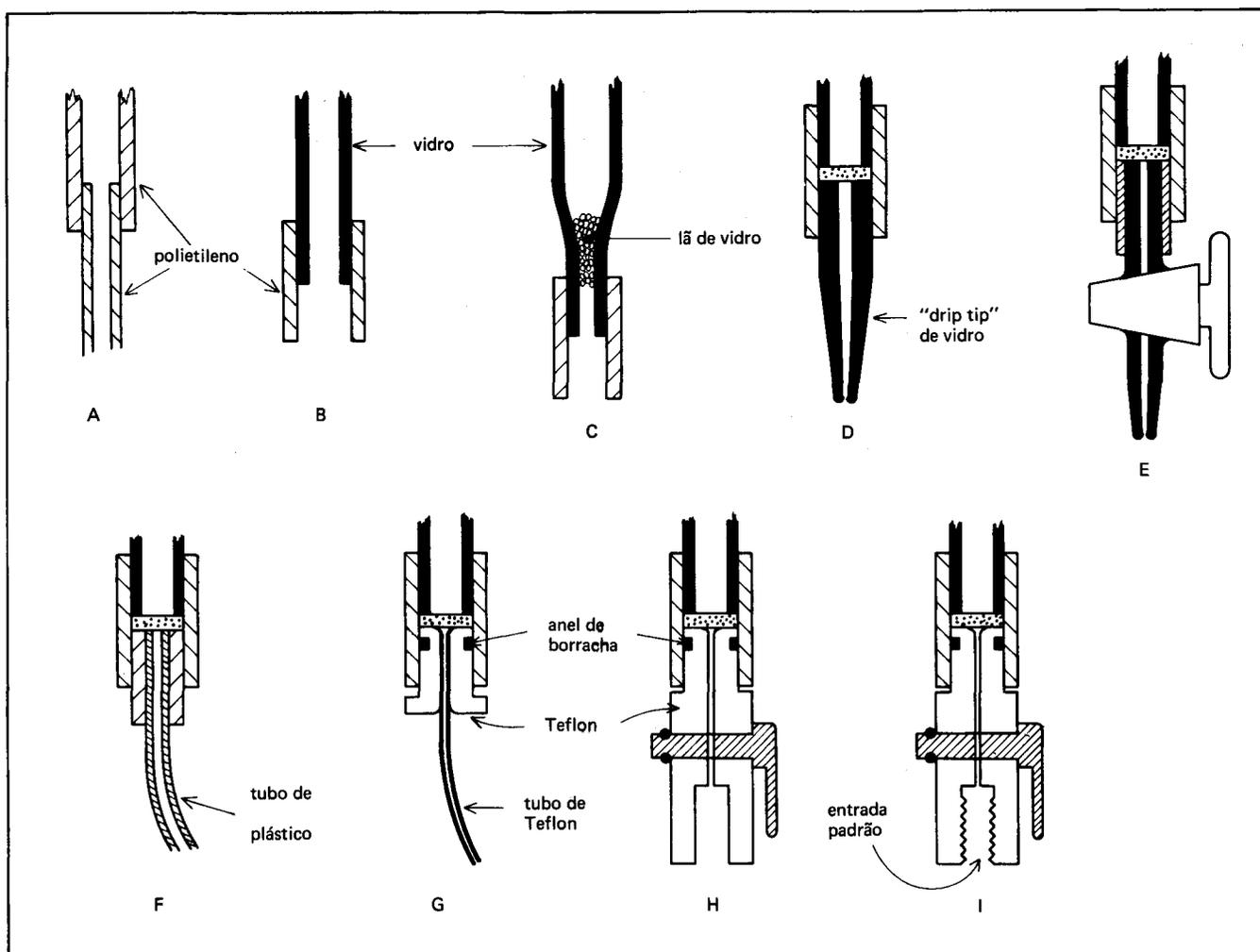


Fig. 1 - Componentes para uso em Cromatografia de Baixa Pressão (10 atm ou menos).

polietileno pode ser feita sem distorção da forma cilíndrica do polietileno. O uso dos dedos, de pinças ou de alicate, para forçar cuidadosamente o polietileno aquecido sobre a superfície do vidro, é recomendado).

Peças de saída para colunas feitas com a união de vidro ao polietileno (Fig. 1B) são mostradas nas figuras 1D-I. Um simples gotejador feito de vidro capilar de diâmetro correto, é mostrado em 1D, uma torneira em 1E, e uma saída flexível de tubo de polietileno (ou Teflon ou nylon) em 1F.

As peças de saída, 1C-I, com anel de borracha selado, são satisfatórias para cromatografia de alta performance a pressões de 10 atm.

As peças 1G-I podem ser feitas de Teflon (Brasiflon, S.P.), embora nylon ou polietileno sirvam bem para alguns usos. As peças 1G têm um orifício (diâmetro 1,4 mm) através do qual um tubo de Teflon de pequeno diâmetro interno (0,5 mm), por exemplo um tubo de diâmetro externo padrão (1,5 – 1,6 mm), deve ser forçado. Antes de forçar o tubo de Teflon através do orifício, o final da peça deste tubo é primeiro esticado um pouco, para diminuir o diâmetro. O tubo é então cortado no ponto de menor diâmetro. Após o corte desse excesso de tubo (comprimido) a parte estreita é introduzida no orifício da peça de Teflon e puxada firmemente pela parte que emerge do lado oposto, até que o diâmetro normal do tubo penetre completamente no orifício. Finalmente, corta-se a parte emergente do tubo, e para que não reste saliência alguma, puxa-se ligeiramente de volta o tubo. O resultado é uma conexão muito segura, entre a peça de saída e o tubo de Teflon, para uso cromatográfico até pressões de 10 atm.

Válvulas reguladores de baixo volume-morto, para sistemas cromatográficos, estilo 1H-1I, são melhores feitos de Teflon, com plug rotativo de Teflon ou aço inoxidável. O estilo 1H tem um simples orifício de saída de 1/4", dentro do qual um gotejador de vidro, por exemplo, pode ser colocado (ver 1D). O estilo 1I, em vez de um orifício de 1/4", tem um orifício padrão com rosca, que permite

acoplamento de componentes padrões (tipo 1/4-28) de cromatografia de alta pressão. (Tais componentes serão discutidos em trabalhos subsequentes).

Os suportes das colunas, feitos com lã de vidro (1C), são satisfatórios para suportar o empacotamento de materiais com partículas cujos diâmetros variam de médio a grande, a baixa pressão. Os suportes de vidro poroso (sinterizado), polietileno poroso ou Teflon poroso (1D-I), são satisfatórios para empacotamento de materiais de diâmetro menor e para pressões de pelo menos 10 atm.

Três sistemas cromatográficos usando os componentes descritos acima são mostrados na Fig. 2. A modificação 2A tem uma configuração simples, com uma válvula de segurança para controlar a saída e a parada total do fluxo. A modificação 2B tem um capilar de vidro com um tubo de saída (baixo volume), que é feito para ter aproximadamente o mesmo nível de saída, (nível x') que o do empacotamento da coluna (nível x).

Com esta configuração o fluxo do eluente para automaticamente quando o eluente chega ao nível x. A modificação 2C usa um reservatório de eluente separado, conectado por meio de um tubo flexível, que permite o controle da vazão do fluxo pela pressão do eluente acima do topo da coluna. (Note que a pressão e portanto a vazão do fluxo, podem ser variadas sobre uma faixa relativamente grande, usando-se um longo tubo conector). O tubo de saída é preferivelmente de Teflon de pequeno diâmetro interno (p. ex.: 0,5 mm), embora tubos de nylon (diâmetro externo 1/8" e diâmetro interno 1/18", isto é, 1,6 mm) ou tubo de polietileno sejam satisfatórios para muitas aplicações. Trabalhos posteriores desta série tratarão de novos componentes e sistemas mais sofisticados que podem ser feitos in loco, para separações cromatográficas de alta performance em ambos os níveis: o analítico e o de alta escala.

* Os autores agradecem à FAPESP e a FINEP pelos auxílios financeiros recebidos.

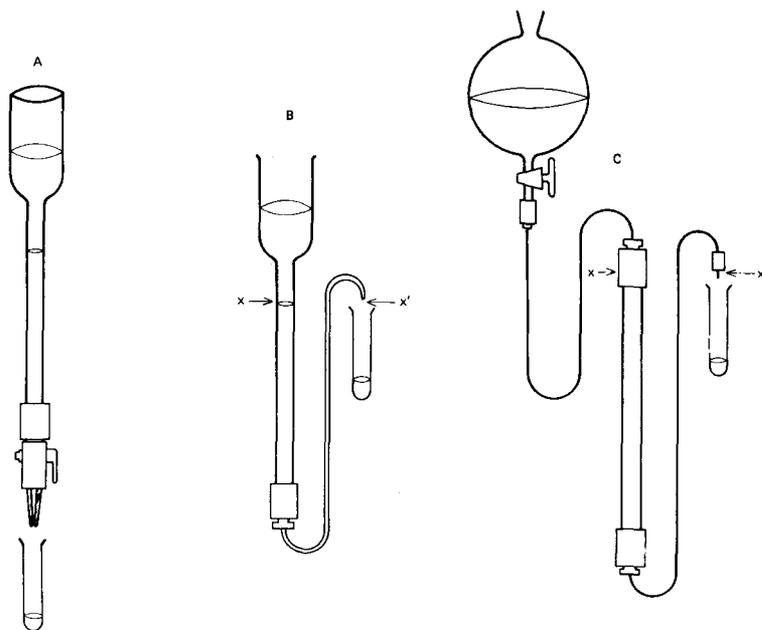


Fig. 2 – Sistemas de Cromatografia, Usando Vários dos Componentes da Fig. 1.