

Miracil D (Fig. 2), usada em terapêutica como agente esquistossomocida. Os átomos na molécula foram numerados em ordem crescente, considerando-se primeiro os pesados e, depois, os de hidrogênio. Os resultados obtidos para as coordenadas da molécula estão arrolados na Tabela I, enquanto algumas das distâncias interatômicas determinadas aparecem na Tabela II.

átomos	dist. (Å)
9 - 17	2,648
17 - 20	3,733
10 - 13	2,608
13 - 20	8,908
13 - 24	9,465
17 - 24	4,853

Tabela II. Distâncias interatômicas determinadas entre alguns átomos (a numeração dos átomos é a dada na Figura 2).

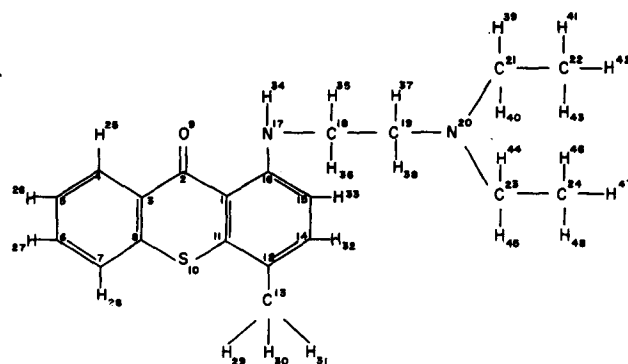


Fig. 2 Molécula de lucantona devidamente numerada

¹ J. Pople e D.L. Beveridge, *Approximate Molecular Orbital Theory* Ed., McGraw Hill Book Company, New York, 1970.

² J.P. Daudey, *Recherches sur la localisation et la transférabilité en chimie quantique*, Paris - França, TESE, 1975.

NOTAS TÉCNICAS

Componentes e Sistemas de Cromatografia Líquida. II. Colunas para Cromatografia de Média Pressão*

Kenneth E. Collins e Pedro E. N. Cruz

Departamento de Química, Unicamp

Campinas, S.P. - Brasil

(Recebido em 11/4/78)

É conveniente classificar a cromatografia líquida em termos de três faixas de pressão usada para obter fluxo através das colunas. A faixa de "baixa pressão" envolve a cromatografia sem sistema externo de bombeamento, nominalmente cromatografia de baixa pressão corresponde a faixa de 0-1 kg/cm²; "média pressão" abrange a faixa de 1-40 kg/cm² (~500 p.s.i.), o qual é um limite prático para colunas de vidro com tubos de politetrafluoroetileno (PTFE), tendo diâmetro externo padrão de 1,5 ou 3 mm, usado para transferência de eluente¹. A faixa para cromatografia de "alta pressão" corresponde a pressões maiores do que 40 kg/cm²; geralmente são usados tubos de transferência e colunas de aço inoxidável.

No passado somente se obtinha separações cromatográficas de "alta resolução", em trabalhos de rotina, usando "alta pressão" e colunas com pequeno diâmetro interno. Porém, foi mostrado recentemente² que é possível obter separações cromatográficas de alta resolução, na faixa de "média pressão", usando colunas com diâmetro interno maior do que os empregados anteriormente. Então, a cromatografia de média pressão tornou-se uma área ativa de cromatografia de alta resolução e bem prática; adequada para desenvolvimento e uso no Brasil.

Para tirar vantagem das colunas de vidro e dos acoplamentos fabricados facilmente no Brasil para aplicações em cromatografia de média pressão, nós desenvolvemos uma série de colunas e acoplamentos correspondentes com quatro tamanhos "padrões". Estes sistemas são montados rapidamente, fáceis de desmontar e limpar. É possível que sistemas de cromatografia líquida usando tais acoplamentos padrões possam permitir a laboratórios com orçamentos

pequenos tornarem-se razoavelmente equipados com base na "construção própria" de sistemas consistentes com cromatografia de alta resolução.

A Figura 1 mostra a forma geral dos tubos de vidro e das colunas. A Tabela 1 apresenta os tamanhos padrões das flanges dos tubos. Estes tubos com flanges podem ser fabricados numa oficina típica de vidraria. As flanges servem

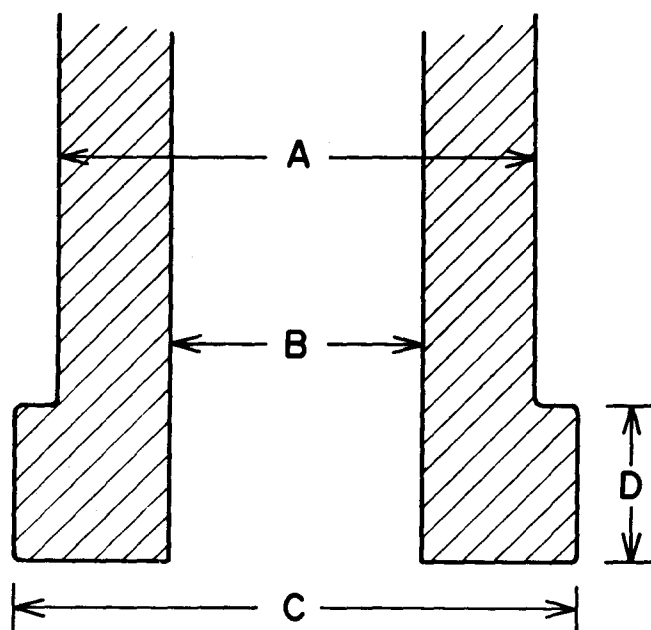


Fig. 1. Terminal do tubo de vidro para coluna cromatográfica.

para acoplar o tubo da coluna com outras partes do sistema cromatográfico, com sêlo muito seguro. Tubos de transferência e/ou um injetor podem ser montados na coluna através das roscas padrões³ e acoplamentos.

Os tamanhos (I-IV) correspondem ao uso de tubos de vidro, de borossilicato, com paredes grossas, tendo diâmetros externos padrões (dimensões A) de 1/4" (6,3 mm), 3/8" (9,4 mm), 5/8" (15,7 mm) e 7/8" (22,0 mm). As descrições detalhadas das flanges de vidro são apresentadas na tabela 1 (note que o diâmetro interno, B, depende do tubo de vidro

disponível. Desde que as flanges de vidro devem ficar sujeitas a considerável força durante a operação cromatográfica (a flange deve estar fortemente fixa na coluna no ato do acoplamento) o terminal da coluna de vidro deve ser bem recozido no forno da vidraria antes de ser usado.

Os componentes que formam as junções para acoplamento da coluna são mostrados na Fig. 2. O tubo de vidro da coluna (a) é pressionado por um anel de nylon (b) contra uma vedação de PTFE/borracha (e) quando a tampa metálica (c) é rosqueada na peça metálica de base (d). A vedação

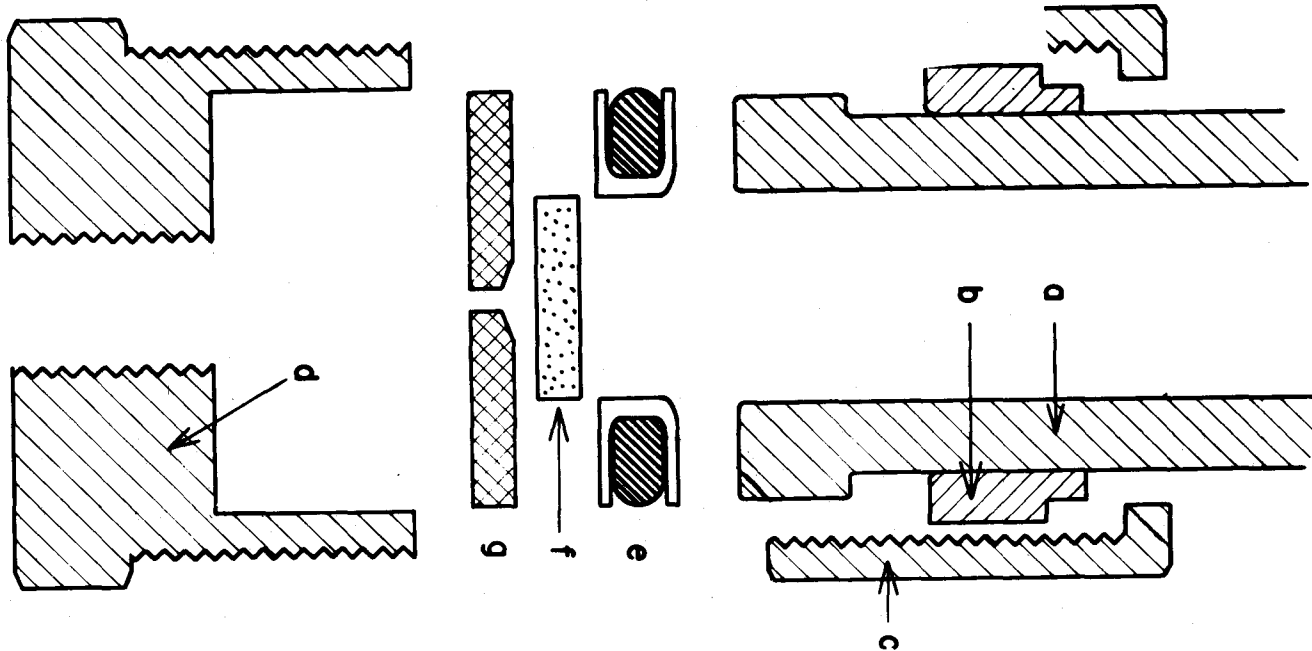


Fig. 2. Componentes para acoplamentos em colunas cromatográficas de vidro.

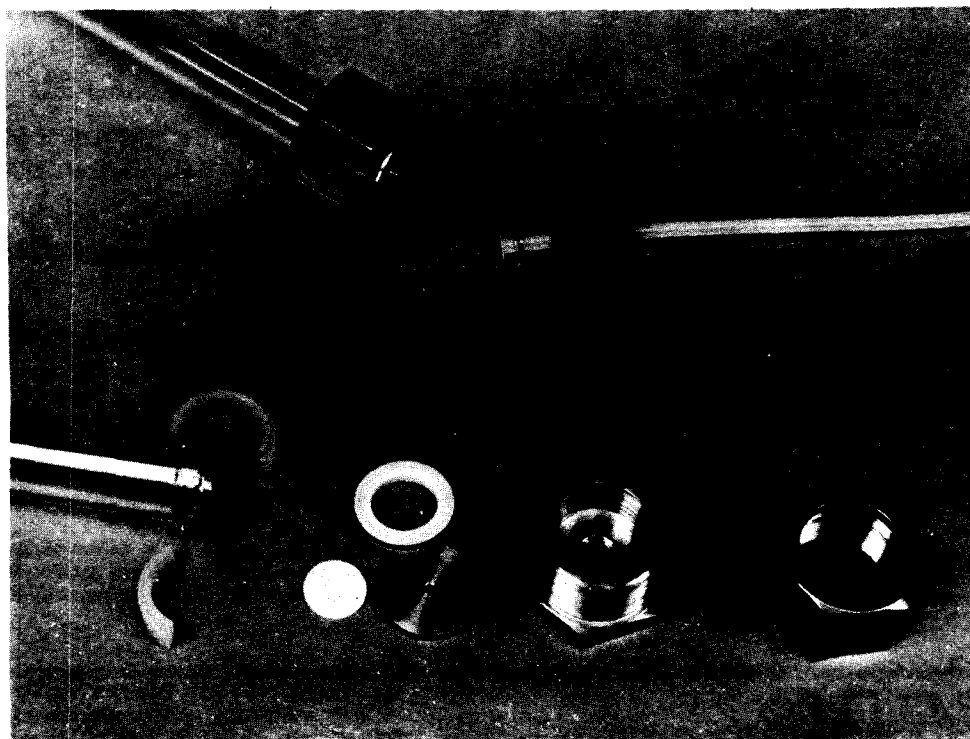


Fig. 3. Fotografia do acoplamento coluna/tubo de teflon (acima) e peças separadas da coluna (abaixo).

(e) consiste de uma peça de PTFE talhada contendo um anel de borracha no seu interior. A vedação de PTFE/borracha é comprimida entre a coluna de vidro (a) e a peça suporte de aço inoxidável (g) para dar um apêto firme, com um disco poroso (f), que é o "suporte do empacotamento", se adaptando no interior da vedação (e).

Discos de vidro sinterizado (poroso), (f), podem ser fabricados no local, e podem ser usados para a maior parte da faixa de média pressão. Mais desejáveis pra cromatografia, em geral, são discos (f) de aço inoxidável poroso, de PTFE poroso ou de polietileno poroso, encontrados em várias firmas de equipamentos cromatográficos existentes no exterior.

Figura 3 mostra, em fotografia, as peças separadas apresentadas na Figura 2, uma conexão completa coluna/acoplamento, e o fim de um tubo padrão de transferência de PTFE (1,5 mm ϕ)³.

Uma coluna típica consiste do tubo da coluna tendo flanges em cada extremidade, acoplamentos nos dois terminais, um tubo de transferência na parte superior da coluna para entrada do eluente (ou, alternativamente, conexão direta com um injetor de amostra) e um tubo de transferência do eluído da coluna para o detector, coletor de frações ou outro sistema pós-coluna (isto é, coleta manual).

Os sistemas de colunas cromatográficas tais como os descritos aqui foram testados no nosso laboratório para pressões altas até o ponto de ruptura: cada tamanho (I-IV) pode ser usado para trabalho de rotina até o limite das pressões indicadas na Tabela 1 (e, com cuidado, até pressões um pouco mais elevadas). Entretanto, desde que a tensão do tubo de vidro sujeito a pressão interna depende criticamente da condição física do vidro, o uso prudente de colunas de vidro, particularmente as de tamanhos maiores, requer que

o vidro esteja livre de defeitos e tensões internas (isto é, bem recozido) e que devem ser tomadas precauções para prevenir os olhos do operador de possíveis fragmentos de vidro caso o tubo venha a se despedaçar enquanto estiver sob pressão.

Tipo	Dimensões (mm)				Pressão Máxima [§] (kg/cm ²)
	A*	B	C	D	
I	6,3	1-3	7	5	100
II	9,4	3-6	12	5	60
III	15,7	6-11	18	5	35
IV	22,0	11-17	25	5	20

*Dimensão máxima. Pode ser até 0,5 mm menor.

§ Usando um fator de segurança de 2-3.

Tabela 1. Dimensões das flanges nos tubos de vidro usados para colunas padrões.

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

¹ Com *muito cuidado* podemos usar tubos cromatográficos de PTFE de 1,5 mm de diâmetro externo e colunas de vidro com paredes grossas e diâmetro interno menor do que 9 mm para pressões de até 80 kg/cm² (~ 1000 p.s.i.).

² E. Godbille e P. Devaux, J. Chromatog., 122, 317 (1976).

³ O sistema de conectores utilizando o tipo de rosca "1/4-28" é quase que um padrão no campo de cromatografia de média (e baixa) pressão. Este sistema será discutido em detalhes no próximo artigo desta série na Química Nova.



FONTES DE ALTA PRECISÃO ESTABILIZADAS

Fabricamos equipamentos especiais sob consulta.

Aplicações: • Lab. industriais • Computadores • Lab. de ensino • Lab. pesquisa • Espectrofotometria • Raios X
 • Absorção atômica • Dosimetria • Fotocomposição • Indústrias petroquímicas em geral • Mineração • Equip. de apoio de solo p/ cla. de aviação • Reguladores ac eletrônicos até 150 kVA • Inversores estáticos senoidais
 • Conversores de frequência.

TECTROL Equipamentos Elétricos e Eletrônicos Ltda.

Av. Friburgo, 499 (V. Friburgo, S. Amaro) Fones: 246-2824, 548-7289 e 548-6104 - 04781 São Paulo
Representantes — Rio de Janeiro: Eletrobot - Fones: 261-2608 e 261-4516 — Belo Horizonte: Daniel Martins - Rua Macedo, 162 - Fones: 444-0044 - 444-0177 - 442-7944