Desenvolvimento de um Forno Destinado à Programação de Temperatura em Cromatografia Líquida Capilar (cLC)

Lincoln F. M. Coutinho (PG), José Carlos Rodrigues Silva (PG), Alex Sandro Cantadori (TC), Fernando M. Lanças (PQ)*

Universidade de São Paulo, Instituto de Química de São Carlos, C.P. 780, CEP 13566-590, São Carlos, SP, Brasil.
** flancas@iqsc.usp.br*

Palavras Chave: *Instrumentação, Programação de Temperatura, Cromatografia Líquida Capilar.*

Introdução

A temperatura da coluna tem um papel muito importante no controle de várias propriedades de interesse da cromatografia como, por exemplo, o coeficiente de partição, a pressão de vapor, a viscosidade e a difusibilidade molecular. Deste modo, quase todos os parâmetros de importância na cromatografia, incluindo o tempo de retenção, a seletividade, a eficiência, a pressão do sistema e várias outras propriedades da fase estacionária, serão mais, ou menos, influenciados por variações da temperatura da coluna.

A programação de temperatura é uma técnica muito utilizada na cromatografia gasosa, mas de difícil aplicação na HPLC devido ao gradiente de temperatura radial formado dentro da coluna causado, principalmente, pelo grande diâmetro interno e alta capacidade térmica das mesmas. Deste modo, uma vez que a cromatografia líquida capilar (cLC) utiliza colunas de pequeno diâmetro interno e baixa capacidade térmica, a programação de temperatura nesta técnica se torna viável.

Apesar da programação de temperatura na cLC ser uma técnica muito promissora, ainda não há equipamentos comercialmente disponíveis capazes de realizar tal programação com sucesso.

Resultados e Discussão

Como pode ser visto na Figura 1, o forno desenvolvido consiste de uma estrutura de aço-inox de 280 mm de comprimento, 40 mm de altura e 40 mm de profundidade; um isolante térmico; uma resistência (fio de Ni-Cr) enrolada em um tubo cerâmico dentro do qual se encontra o sensor de temperatura e a coluna capilar; dois mini-ventiladores conectados ao forno através de dutos de refrigeração e um servo-motor responsável pela abertura/fechamento dos mesmos.

Além do forno, também foram desenvolvidos o circuito eletrônico e o *software*, que juntos, são responsáveis pela criação das rampas e pelo controle da temperatura.

Os resultados obtidos nos testes de estabilização de temperatura e nos testes de criação de rampas podem ser encontrados nas tabelas 1 e 2, respectivamente, assim como na Figura 2.

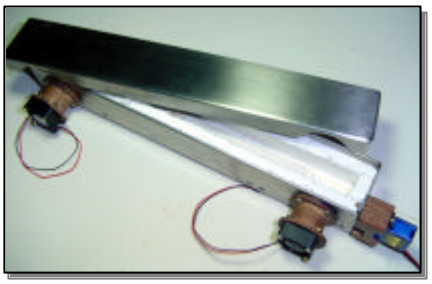

Figura 1. Foto do forno desenvolvido.

Tabela 1. Precisão na estabilização de temperatura.

Temperatura (°C)	Média (°C)	Desvio Padrão (°C)
40	40,001	0,0094
50	50,007	0,0058
60	60,001	0,0098
70	70,003	0,0062
80	80,004	0,0099
90	89,997	0,0047

Tabela 2. Precisão nas rampas de temperatura.

Rampa (°C/min)	Média (°C/min)	Desvio Padrão (°C/min)
0,5	0,499	0,1277
1	1,001	0,1370
2	2,000	0,2807
5	5,001	0,2869
10	10,010	0,2302

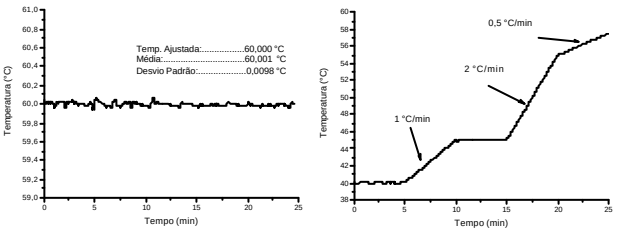

Figura 2. Estabilização da temperatura e rampas.

Conclusões

O sistema desenvolvido demonstrou um excelente desempenho, obtendo uma precisão na estabilização da temperatura de 0,01°C, e nas criações de rampas de temperaturas com precisão de 0,3 °C/min.

Agradecimentos

FAPESP (Proc. N. 04/09384-7)