

Otimização das condições de operação de um modulador crioscópico “home made” para GCxGC

Carlos H. V. Fidelis^{*} (PG), Ernesto C. Ferreira (PG), Marcio P. Pedroso (PG), Fabio Augusto (PQ)

¹ Universidade Estadual de Campinas - Instituto de Química -Depto de Química Analítica. Lab. Cromatogr. Gasosa

* cfidelis@iqm.unicamp.br

Palavras Chave: modulador, GCxGC.

Introdução

A Cromatografia Gasosa Bidimensional Compreensiva (GCxGC) vem ganhando destaque nos últimos anos principalmente devido à sua grande capacidade de separação na análise de amostras complexas. Diferentes conceitos de modulador, dispositivo fundamental de um sistema GCxGC, já foram desenvolvidos e apresentados na literatura. Neste trabalho são apresentados os resultados obtidos na otimização das condições de operação de um modulador de duplo jato crioscópico¹ que utiliza N₂ (g) resfriado por N₂ (l), projetado em laboratório e empregado na separação de amostras petroquímicas.

Resultados e Discussão

Os seguintes parâmetros foram avaliados: repetibilidade, tempo de modulação e pressão de gás criogênico.

As amostras utilizadas no estudo foram: padrão de n-alcenos (C6-C11) preparada em laboratório com reagentes de grau P.A; gasolina tipo C, fornecida pela Central Analítica do IQ-Unicamp e querosene comercialmente disponível (Vimak[®]).

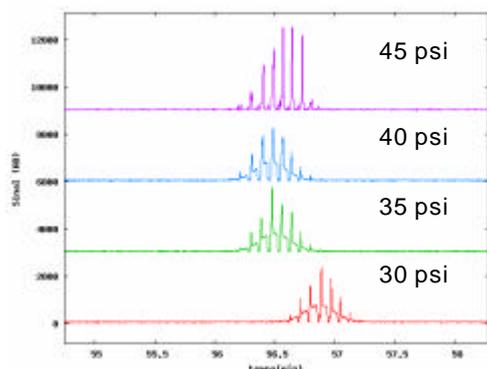


Figura 1. Variação do perfil do pico cromatográfico de C9 modulado pelo sistema GCxGC, em função da pressão de N₂ (g).

A Figura 1 mostra que alguns valores de pressão (30 – 40 psi) de N₂ (g) resultam em um resfriamento da coluna cromatográfica que não foi suficiente para o fracionamento correto dos picos.

Tabela 1. Tempos de retenção e intensidade do sinal para um composto em cromatograma GCxGC de querosene. (n=3)

	médias	s	CV (%)
¹ t _R (s)	172,66	0,577	0,33
² t _R (s)	1,98	0,095	4,8
Sinal (AD)	1977	45,17	2,28

A partir da Tabela 1 pode-se verificar que o valor desvio obtido para ²t_R não interfere na identificação de compostos quando comparados com o ²t_R dos padrões.

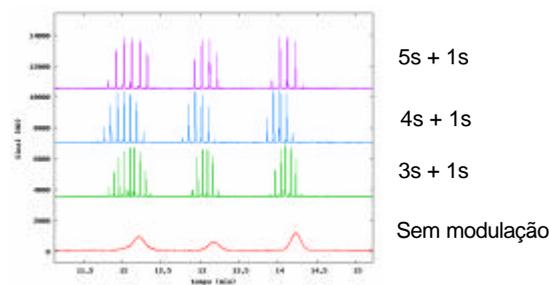


Figura 2. Variação do perfil do pico cromatográfico de C9, C10 e C11 em função do tempo de modulação.

A Figura 2 mostra que tempo baixo de modulação resulta em maior número de fracionamentos de um pico cromatográfico e tempos maiores, em um número menor. Como esse resultado varia em função do ¹t_R do composto, a melhor escolha é um compromisso entre número de fracionamentos e ¹t_R dos compostos.

Conclusões

Para as amostras analisadas as melhores condições para o modulador empregado são 45 psi de N₂ (g) e tempo de modulação 4s + 1s. A repetibilidade dos resultados é muito boa, tendo sido obtidos baixos valores de desvios padrão.

Agradecimentos

À CAPES, ao CNPq

¹ Beens, J.; Adahchour, M.; Vreuls, R. J. J.; K. van Altena e Brinkman, U. A. Th.; *J.Cromatogr. A* **2001**, 919, 127.