

CROMATOGRAFIA GÁS-LÍQUIDO MULTIDIMENSIONAL. A RESOLUÇÃO COMO OBJECTIVO

Eduardo Mateus (1) e Marco D.R. Gomes da Silva (2)

(1) GUECKO/Departamento de Ciências e Engenharia do Ambiente, FCT, Universidade Nova de Lisboa 2829-516 Campus de Caparica, Portugal

(2) REQUIMTE, Departamento de Química, Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa, PT - 2829-516 Caparica, Portugal

A cromatografia gás-líquido bidimensional, combina dois sistemas de colunas diferentes em que sucessivos segmentos de efluente saídos da primeira coluna, alimentam a segunda coluna ou outras colunas (no caso de cromatografia multidimensional). O mecanismo de transferência de uma coluna para a outra é crítico. No sistema clássico, fracções discretas de eluente são direccionadas para a segunda coluna de um modo que se designa por “heart-cut”. Assim, num sistema de acoplamento de colunas a capacidade separativa do sistema não é mais que a soma das capacidades individuais dos sistemas. Este procedimento tem no entanto a desvantagem de alguns componentes de “heart-cuts” sucessivos, ou mesmo não sucessivos, puderem coeluir na segunda coluna. Outra desvantagem do processo, consiste ainda no facto da separação na segunda coluna decorrer durante um período, pelo menos tão prolongado como na primeira, tornando este sistema, apesar de efectivo em muitas aplicações, bastante moroso, sobretudo quando aplicado em rotina. As técnicas multidimensionais surgem na sequência de ser cada vez mais necessário, quando estão em análise matrizes muito complexas, conseguir arranjar “espaço cromatográfico” para se alcançar a adequada separação dos componentes da amostra, evitando tanto quanto possível as indesejadas coeluições. Naturalmente, este espaço cromatográfico é limitado física e estatisticamente pelo número máximo de pratos teóricos de uma coluna. No fundo, para se conseguir a separação de metade dos compostos de uma mistura contendo 100 analitos, é necessário recorrer a uma coluna com capacidade de separar 290.

A cromatografia gás-líquido bidimensional abrangente, designada vulgarmente por GCxGC abrangente (do anglosaxónico “comprehensive” GCxGC) é uma técnica que permite um substancial aumento da capacidade de picos. O GCxGC ocorre quando duas colunas de diferentes fases estacionárias são acopladas, utilizando um dispositivo que é capaz de modular a concentração do eluente que sai da primeira coluna alimentado a segunda coluna. De forma a que este processo cromatográfico seja considerado “abrangente” esta transferência tem de ser qualitativa e quantitativa tendo ainda que ser respeitado o princípio da ortogonalidade (separações independentes em ambos os sistemas separativos). No caso de GCxGC, a capacidade separativa é o produto das capacidades dos dois sistemas analíticos utilizados, explicando desta maneira o substancial aumento da sua capacidade comparativamente aos sistemas clássicos. Como exemplo, se a primeira coluna tiver a capacidade de separar 100 compostos e a segunda coluna (geralmente mais pequena e de diâmetro menor e espessura de filme mais fino, de forma a manter constante a razão de fase de um sistema para o outro) for de 10 picos, então cada separação tem uma capacidade de separação de 1000 picos.

O modulador em GCxGC representa um papel importantíssimo neste sistema, pois, funcionando termicamente (por aquecimento ou criofocagem, dependendo dos modelos), recolhe a amostra eluída da primeira coluna, libertando-a de forma rápida, sequencial e focadamente em pulsos curtos na segunda coluna, permitindo contudo preservar a separação conseguida na primeira dimensão.

Estes métodos multidimensionais oferecem finalmente à cromatografia gás-líquido de alta resolução a capacidade de poder ser aplicada de forma eficiente em amostras muito complexas, como são os casos dos petróleos, contaminantes ambientais, óleos essenciais, produtos alimentares, entre outros, não esquecendo a sua excelente adequabilidade para separações enatoselectivas.

