

O QUE É CROMATOGRAFIA?

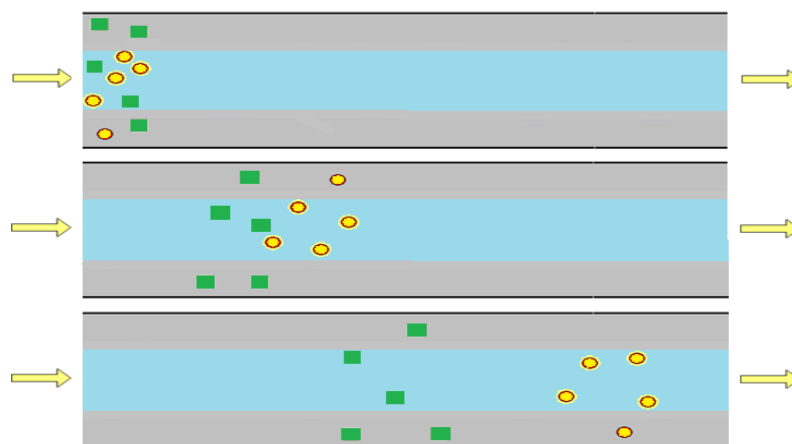
Por Grace Jenke

Na área ambiental muito se questiona o que é cromatografia, como as análises são realizadas, como os métodos são desenvolvidos, o que são compostos orgânicos, onde eles são encontrados e porque é importante analisar estes compostos. O primeiro passo para entender esta área da química é conhecer alguns conceitos básicos relacionados a este assunto, começando pela definição de compostos orgânicos.

Os compostos orgânicos são formados por cadeias de átomos de carbono ligados entre si ou a outros elementos químicos. Essas substâncias são muito importantes no cotidiano e podem ser usadas tanto para beneficiar quanto para prejudicar o meio em que vivemos, por isso é tão importante controlar a emissão destes compostos. Como exemplos, temos os derivados do petróleo (como a gasolina e o óleo diesel), o etanol, os biocombustíveis, polímeros (sintéticos e naturais), medicamentos, solventes, cosméticos, inseticidas, venenos, entre outros milhares de produtos que possuem em sua composição compostos orgânicos.

A cromatografia é uma das mais importantes técnicas atuais para a separação e quantificação de compostos voláteis ou semi-voláteis com características físico-químicas muito semelhantes em misturas complexas. Basicamente, trata-se da separação de misturas por interação diferencial dos seus componentes entre uma fase estacionária (líquido ou sólido) e uma fase móvel (líquido ou gás), conforme pode-se ver na figura abaixo:

Transporte dos componentes de uma amostra por uma fase móvel através de uma fase estacionária



Fonte: Da autora, 2016.

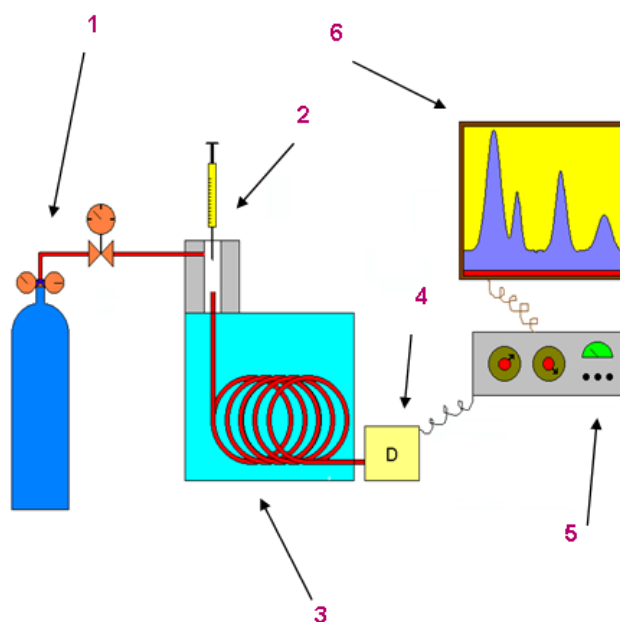
Na cromatografia, a fase móvel carrega as moléculas nela dissolvidas. Para reestabelecer o equilíbrio, moléculas na fase estacionária passam para a fase móvel e são arrastadas. Tem-se um equilíbrio dinâmico em cada segmento da coluna. Como a fase móvel está em contínuo movimento, acaba retirando todas as moléculas da coluna.

Um dos grandes diferenciais da cromatografia frente às outras técnicas analíticas é que o limite de detecção obtido pela cromatografia pode ser cerca de 100 a 1000 vezes menor do que aquele obtido por outros métodos de separação (PENTEADO; MAGALHÃES; MASINI, 2008, p. 2190).

De forma geral, falando especificamente da cromatografia gasosa, a técnica é aplicável para separação e análise de misturas cujos constituintes sejam voláteis para dissolverem-se, pelo menos parcialmente, no gás e serem arrastadas por ele. De forma geral, utiliza-se para misturas cujos constituintes tenham pontos de ebulição de até 300°C e que sejam termicamente estáveis.

Para entendermos como as análises são realizadas é importante saber que os principais componentes de um cromatógrafo a gás são: cilindro de gás, injetor, forno, coluna, detector, sistema de controle do instrumento e aquisição de dados. Na ilustração abaixo, apresentamos um esquema demonstrando as partes de um cromatógrafo a gás.

Elementos de um cromatógrafo gasoso



Fonte: BIOMEDICINA BRASIL, S.D.

Conforme indicado na figura acima, temos os seguintes elementos essenciais a um cromatógrafo a gás:

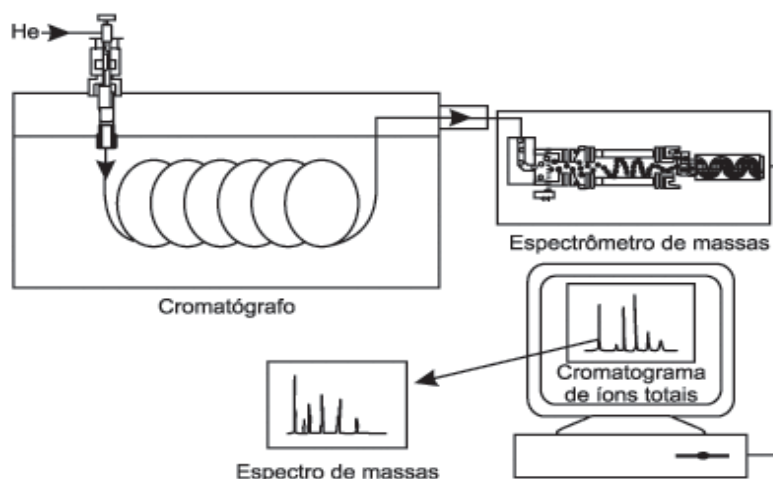
- 1 - Reservatório de Gás e Controles de Vazão / Pressão;
- 2 - Injetor (Vaporizador) de Amostra;
- 3 - Coluna Cromatográfica e Forno da Coluna;
- 4 - Detector;
- 5 - Eletrônica de Tratamento (Amplificação) de Sinal;

6 - Registro de Sinal (Registrador ou Computador);

Pelo exposto, a amostra gasosa ou líquida (solvente) é introduzida no injetor aquecido (através de uma micro-seringa), onde é vaporizada e transferida com o auxílio do gás de arraste (gás hélio) para a coluna cromatográfica colocada dentro de um forno pré-aquecido. Os componentes presentes na amostra são eluídos e conduzidos para o detector conectado na saída da coluna.

O detector emite um sinal elétrico que é registrado graficamente sob a forma de picos (cromatogramas). Os compostos são separados e saem da coluna em tempos diferentes característicos da coluna e das condições experimentais, principalmente a temperatura. O esquema simplificado do funcionamento de um cromatógrafo a gás com o espectrômetro de massa pode ser observado na figura abaixo.

Esquema simplificado do funcionamento de um cromatógrafo a gás



Fonte: Silvério; Barbosa; Veloso, 2008.

O cromatógrafo gasoso utilizado durante o estágio está acoplado a um espectrômetro de massa. No espectrômetro de massa uma fonte de íons divide as moléculas em fragmentos ionizados e detecta esses fragmentos pela razão massa/carga dentro de uma câmara de vácuo. Esse sistema é conhecido por CG/MS.

Todo CG/MS possui uma biblioteca com espectros de massas de vários compostos. No software, o espectro de massa de um determinado pico é comparado com os da biblioteca. Através da similaridade dos espectros, o sistema indica a provável estrutura do composto com um certo nível de probabilidade, realizando assim a sua identificação.

Uma das partes mais importantes nestas análises é a extração dos compostos orgânicos da amostra, uma vez que a cromatografia pode ser empregada na análise de amostras gasosas, líquidas ou sólidas, desde que ocorra o preparo correto da amostra antes da injeção no cromatógrafo. Existem diversos métodos para preparo da amostra como extração líquido-líquido

(ELL), extração em fase sólida (SPE), *headspace*, extração por ultrassom, entre outras.

Quando falamos em desenvolvimento de métodos, deve-se considerar uma série de parâmetros na identificação dos compostos separados, com o objetivo de avaliar o desempenho cromatográfico e auxiliar na otimização do processo de separação. Na cromatografia gasosa os principais parâmetros utilizados para identificar e separar os compostos são a temperatura no forno da coluna e o tempo de retenção do composto (é tempo decorrido desde o instante em que a amostra foi introduzida até o instante do máximo do pico).

De modo geral, para o desenvolvimento de um novo método utiliza-se os seguintes passos:

- 1) Verificar na literatura pesquisas com os analitos desejados no equipamento CG/MS;
- 2) Injetar o padrão em uma concentração elevada em uma rampa de aquecimento genérica;
- 3) Identificar todos os compostos de interesse;
- 4) Otimizar a rampa de aquecimento;
- 5) Rodar os padrões com concentrações menores até atingir os limites de quantificações desejados.

Por fim, pode-se perceber que a cromatografia é uma área vasta, onde existem muitas possibilidades para serem exploradas através de novas pesquisas e desenvolvimentos de métodos. Por tratar-se de uma técnica complexa, envolve muitos desafios e se mostra como um mundo totalmente novo dentro das análises ambientais.

REFERÊNCIAS

Conheça os métodos cromatográficos. Disponível em:

<<http://www.biomedicinabrasil.com/2012/10/metodos-cromatograficos.html>>. Acesso em: 15 de Novembro de 2016.

Flaviano Oliveira Silvério; Luiz Cláudio Almeida Barbosa; Dorila Piló-Veloso. **A pirólise como técnica analítica.** Química Nova, vol. 31, n.6. São Paulo, 2008.

PENTEADO, José Carlos; MAGALHÃES, Dulce; MASINI, Jorge C. **Experimento didático sobre cromatografia gasosa: uma abordagem analítica e ambiental.** Química Nova, v.31, n.8, p.2190-2193. São Paulo, 2008.