

LEM-104: Laboratório de Cromatografia

HPLC ou CLAE	
Marca/modelo: Waters™ 600	
Detetores: <ul style="list-style-type: none">•UV-Vis (Photodiode Array Waters 2996 – PDA)•Índice de Refração (Refraction Index Waters 2414 – RID)•Fluorescência (Multi λ Fluorescence Detector Waters 2475 – MFD)	
Bomba: Waters 600 Quaternary Pump	
Coletor de frações: Fraction Collector III	
Forma da injeção: Manual	
Solventes utilizados como fase móvel: Acetonitrila, Água Ultrapura, Etanol, Metanol. Evitar o uso de solução tampão na fase móvel. Os modificadores da fase móvel devem respeitar as recomendações do fabricante da coluna.	
Tipos de amostra: Amostras líquidas ou sólidos em solução, completamente miscíveis com a fase móvel e compatíveis com a coluna utilizada. É necessário pré-filtrar as amostras em membrana com poros de diâmetro $\leq 0,45 \mu\text{m}$.	
Tempo de corrida: Comumente varia entre 10 e 40 minutos.	
Informações obtidas: Cromatograma com tempo de retenção dos analitos versus a unidade de medida do detector.	
Como citar: Os cromatogramas foram adquiridos por meio do cromatógrafo líquido de alta eficiência Waters® 600, com sistema quaternário de bombeamento de solventes, acoplado a um detector (<i>especificar detector utilizado</i>). A coluna utilizada foi (<i>nome, marca, recheio e dimensões da coluna utilizada</i>). A fase móvel utilizada foi (<i>solventes e suas proporções</i>), em eluição (<i>isocrática ou gradiente</i>), vazão de (<i>razão de fluxo</i>) $\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$; e volume da injeção de (<i>volume utilizado</i>) μL . O equipamento foi adquirido com recursos da Finep e está instalado no Centro de Ciências Moleculares e Nanotecnologia (CCMN-PPGQ) da UNICENTRO.	

UPLC-MS/MS

Marca/Modelo: Waters™ Acquity UPLC H-Class®

Sistema de detecção: Espectrômetro de Massas Waters™ Xevo® TQD (Triple Quadrupole Mass Spectrometer).
Modo/Fonte de ionização: Electron Spray Ionization (ESI)

Forma de injeção: Amostrador com injeção automática (SM-FTN), com capacidade para injetar até 96 amostras.

Solventes utilizados como fase móvel: Acetonitrila; Água Ultrapura; Etanol; Metanol.



Aditivos permitidos na fase móvel: Ácido Fórmico; Hidróxido de Amônio; Ácido acético; Acetato de Amônio; sempre de alta pureza: grau HPLC/espectroscópico.

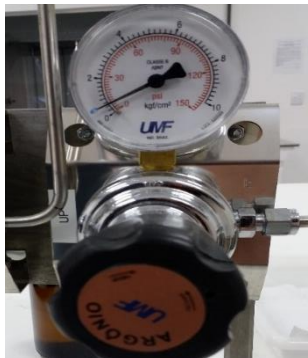
Tipos de amostra: Amostras líquidas ou sólidos em solução, completamente miscíveis com a fase móvel e compatíveis com a coluna utilizada. É necessário pré-filtrar as amostras em membrana com poros de diâmetro $\leq 0,22 \mu\text{m}$. Evitar o uso de tampões. Não utilizar tampões de sais pouco solúveis ou não-voláteis, em concentrações maiores que $5 \mu\text{g L}^{-1}$. Não utilizar ácidos fortes. Nunca injetar amostras mais concentradas do que $1 \mu\text{g L}^{-1}$.

Tempo de corrida: Comumente varia entre 5 e 15 minutos.

Como citar: As análises foram realizadas no UPLC (Waters™ Acquity) acoplado a espectrômetro de massas Waters Xevo TQD, utilizando uma fonte de ionização do tipo ESI no modo positivo e/ou negativo. Equipamento adquirido com recursos da Finep, e instalado no Centro de Ciências Moleculares e Nanotecnologia (CCMN-PPGQ) da UNICENTRO.

Gases Utilizados

Argônio Ultrapuro: Para uso exclusivo do sistema de detecção Xevo® TQD.



Nitrogênio: Gerador de N₂ Peak Scientific™; para uso exclusivo do sistema UPLC-MS/MS®.



CG-MS

Marca/modelo: AGILENT, modelo 7890A GCSytem

Detectores: AGILENT, modelo 5975C Triplo Quadrupolo GC/MS.

Bomba: Sistema mantido à vácuo

Forma da injeção: Automática

Gases utilizados: Hélio, de pureza acima de 99.9995%.

Tempo de corrida: Comumente varia entre 10 e 40 minutos.



Tipos de amostra: Amostras líquidas, sólidos em solução e gases, de média a baixa polaridade. É necessário pré-filtrar as amostras em membrana com poros de diâmetro $\leq 0,22 \mu\text{m}$.

Informações obtidas: Cromatograma com tempo de retenção dos analitos versus a unidade de medida do detector (Abundância).

Como citar: Os cromatogramas foram adquiridos por meio do cromatógrafo CG-EM da marca AGILENT, modelo 7890A GCSytem, com detector de massas MS, modelo 5975C. A coluna utilizada foi (*nome, marca, recheio e dimensões da coluna utilizada*). A temperatura do injetor (*especificar temperatura utilizada*). Operando no modo (*splitless, split*). As temperaturas da fonte e do quadrupolo do EM (*especificar temperatura utilizada*). Foi empregado o hélio (He) como gás de arraste com vazão (*especificar a vazão do gás*). A coluna foi mantida a (*especificar temperatura °C*) o gradiente de temperatura utilizado foi (*especificar temperatura da corrida cromatográfica*). O espectrômetro de massas foi programado para detecção de 40 a 700 unidades de massa atômica, por ionização por elétrons (70 eV). O equipamento foi adquirido com recursos da Finep e está instalado no Centro de Ciências Moleculares e Nanotecnologia (CCMN-PPGQ) da UNICENTRO.