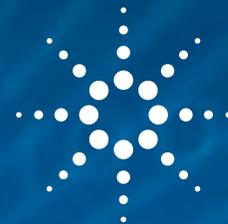


CONVERSIÓN DE MÉTODOS DE HJ-679-2013 PARA INTUVO



Conversión de un método de columna de 530 μm de d.i. a métodos de columna de 250 μm o 320 μm para el sistema GC Agilent Intuvo 9000



Introducción

El método HJ-679-2013 describe la determinación de acroleína, acrilonitrilo y acetonitrilo procedentes de suelos y sedimentos mediante cromatografía de gases con espacio de cabeza. El método especifica una columna de 30 m \times 530 μm con una fase de polietilenglicol. Este método se ha ejecutado tradicionalmente en cromatógrafos de gases convencionales empleando conexiones de tuerca y ferrula habituales. Para aplicar esto a la tecnología integrada en el sistema GC Agilent Intuvo 9000, como el calentamiento directo y las conexiones rápidas, el método se ha convertido a una columna de 250 μm . Manteniendo la misma relación entre fases entre el método inicial y el convertido, se consiguieron cromatogramas, tiempos de retención y órdenes de elución similares.

Experimento

El método HJ-679 original especifica una columna de 30 m con un diámetro interno de 530 μm . Para la evaluación inicial se utilizó una columna Agilent DB-WAX UI (ref. 125-7032UI) en un sistema GC Agilent 7890 equipado con un detector de ionización de llama y muestras en espacio de cabeza Agilent 7697 [1]. Una columna DB-WAX UI con una fase de 250 μm y un espesor de película de 0,50 μm (ref. 122-7033UI-INT) proporcionó la misma relación entre fases y se usó inicialmente con un sistema GC Agilent Intuvo 9000 para demostrar el método convertido (tablas 1 y 2). Se utilizó la calculadora del traductor de métodos para determinar el flujo de la columna para el método convertido (Figura 1).

Aprovechando las elevadas velocidades de calentamiento que puede conseguir el sistema Intuvo, se desarrolló un tercer método empleando el traductor de métodos con una columna de película más fina (Figura 2).

Para obtener más información, visite:

www.agilent.com



Agilent Technologies

Tabla 1. Condiciones del método de GC.

Parámetro	Valor para Agilent 7890	Valor para Agilent 9000 Intuvo	Valor para Agilent 9000 Intuvo rápida
Entrada	150 °C, split 5:1		
Columna	Agilent DB WaxUI, 30 m × 530 µm, 1,0 µm	Agilent DB WaxUI, 30 m × 250 µm, 0,50 µm	Agilent DB WaxUI, 30 m × 320 µm, 0,25 µm
Flujo de columna	4,5 ml/min	1,54 ml/min	3,5 ml/min
Horno	40 °C (5 minutos) después 5 °C/min hasta 60 °C, después 30 °C/min hasta 150 °C (5 minutos)	40 °C (5 minutos) después 5 °C/min hasta 60 °C, después 30 °C/min hasta 150 °C (5 minutos)	40 °C (1,34 minutos) después 18,6 °C/min hasta 60 °C, después 112 °C/min hasta 150 °C (1,34 minutos)
Detector FID	250 °C		
Chip puente	150 °C		
Temperatura del bus	ON (Predeterminado)		

Tabla 2. Condiciones del instrumento para el muestreador de espacio de cabeza Agilent 7697. Estas condiciones se usaron con dada permutación instrumento/método.

Parámetro	Valor
Horno	75 °C
Loop	105 °C
Línea de transferencia	150 °C
Equilibrado del vial	30 minutos
Duración de la inyección	0,1 minutos
Vial	20 ml
Agitación	Activada, nivel 1
Flujo de llenado del vial	50 ml/min
Presión de llenado del vial	8 psi
Tiempo de equilibrio de la presión del vial	2 minutos
Velocidad de rampa de llenado del loop	20 psi/min
Presión final del loop	1,2 psi
Equilibrado del loop	0,2 minutos

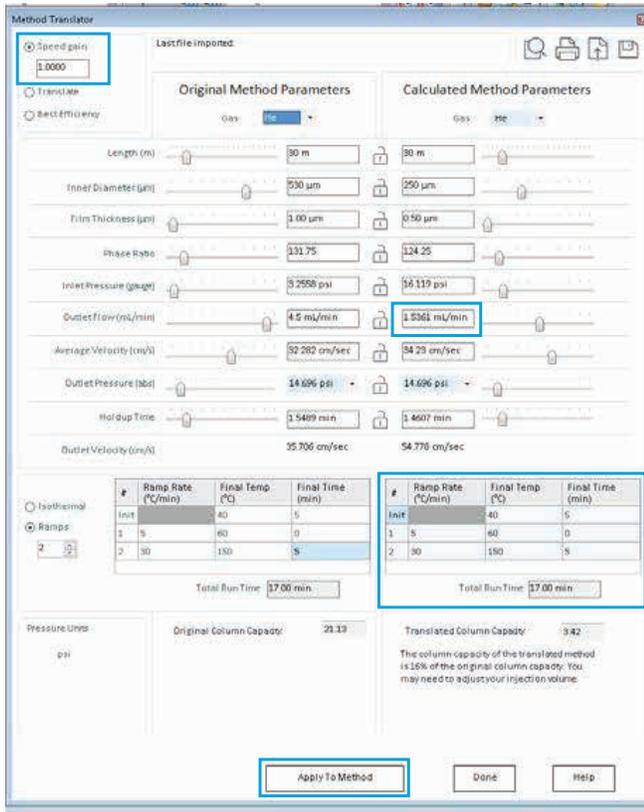


Figura 1. El traductor de métodos, una de las calculadoras para GC disponibles, permite la aplicación de un método de Agilent 7890 configurado con una columna de 530 µm de d.i. en un Agilent Intuvo 9000 configurado con una columna de 250 µm de d.i.

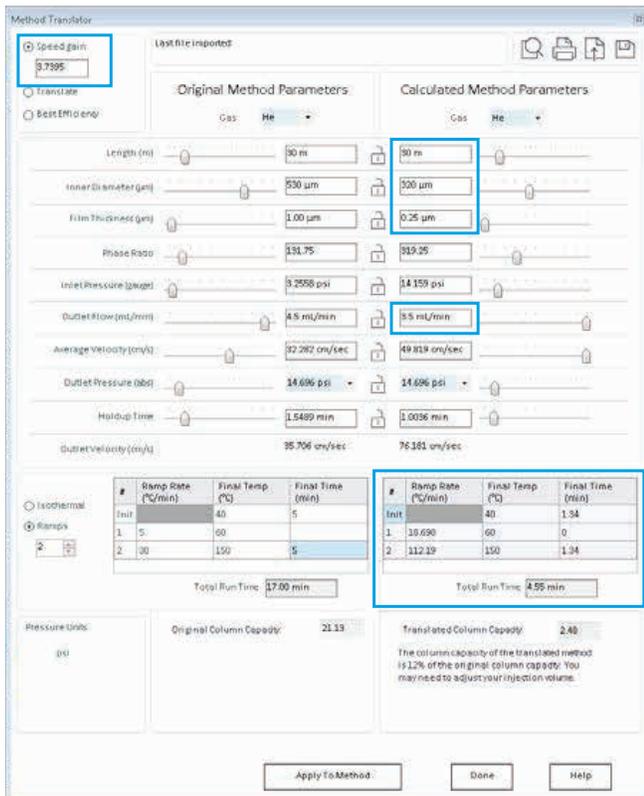


Figura 2. Un método convertido con un espesor de película más fino se traduce en un método más rápido con una ganancia de velocidad de 3,7.

Resultados y comentarios

La calculadora del traductor de métodos facilita enormemente la conversión de métodos. Los parámetros de la columna y del método originales se introdujeron en la columna de la izquierda: **Original Method Parameters** (Parámetros originales del método). Dado que las columnas Intuvo cuentan con una clave inteligente, que preconfigura el instrumento y el método con la información de columna correcta, los parámetros de la columna en la columna de la derecha: Los **Calculated Method Parameters** (Parámetros del método calculados) se rellenaron automáticamente. Se calculó un nuevo flujo y un nuevo programa de horno en función de los parámetros de columna originales y en los nuevos. Al escoger columnas con relaciones entre fases similares y seleccionar **Speed gain 1** (Ganancia de velocidad 1), se determinó una nueva velocidad de flujo para el método calculado, pero el programa del horno permaneció invariado. Mediante el botón **Apply to Method** (Aplicar a método), se añadieron al método actual los nuevos parámetros del método.

La Figura 3 muestra el cromatograma original obtenido en el sistema GC Agilent 7890A. El cromatograma de la Figura 4 se obtuvo aplicando los parámetros del método convertido de la Figura 1 al sistema GC Intuvo 9000. Se conservó la resolución entre los tres compuestos con el mismo programa de horno que el método 7890 original. Los tiempos de retención obtenidos para acroleína, acrilonitrilo y acetonitrilo con el método convertido fueron 4,1 minutos, 8,4 minutos y 8,8 minutos, respectivamente. Dado que la relación entre fases del espesor de película de la columna era similar, pero no idéntico, entre los sistemas 7890 e Intuvo, la deriva del tiempo de retención observada era esperable. Sin embargo, sí que se conservó la resolución entre los picos. Para el sistema 7890, la resolución entre acroleína y acrilonitrilo se calculó en 58, mientras que la resolución entre acrilonitrilo y acetonitrilo se calculó en 5,3. Para el cromatograma del sistema Intuvo, la resolución entre acroleína y acrilonitrilo también se calculó en 56, mientras que la resolución entre acrilonitrilo y acetonitrilo se calculó en 5,8. Se puede usar la congelación de tiempos de retención para seguir comparando los tiempos de retención entre los dos sistemas GC.

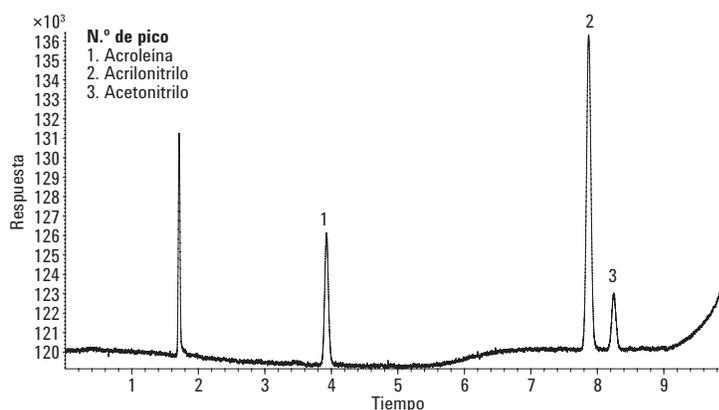


Figura 3. El cromatograma original, obtenido en un sistema GC Agilent 7890A con una columna de 530 μm de d.i., demuestra la separación de acroleína(1), acrilonitrilo (2) y acetonitrilo (3) a 3,9 minutos, 7,9 minutos y 8,3 minutos, respectivamente.

Dado que se precisó una columna diferente al convertir el método HJ-679-2013 original a Intuvo, se desarrolló un nuevo método para aprovechar las características adicionales de Intuvo, como la capacidad de calentamiento directo, que permite velocidades de programación de temperatura de hasta 250 °C/min. Mediante el uso de una columna de fase más fina, se redujo el tiempo de análisis y se aumentó la productividad. Empleando las dimensiones de la columna mostradas en el traductor de métodos en la Figura 2, se obtuvieron y aplicaron al método Intuvo una nueva velocidad de flujo y una nueva programación del horno. En la Figura 5 se muestra que los mismos tres analitos se separaron en menos de 3 minutos. El orden de elución permaneció inalterado, ya que se usó la misma fase de columna. La relación entre fases cambió, lo que redujo la resolución (espacio entre picos), pero se siguió superando el requisito de resolución a línea de base de 2,5 o mejor.

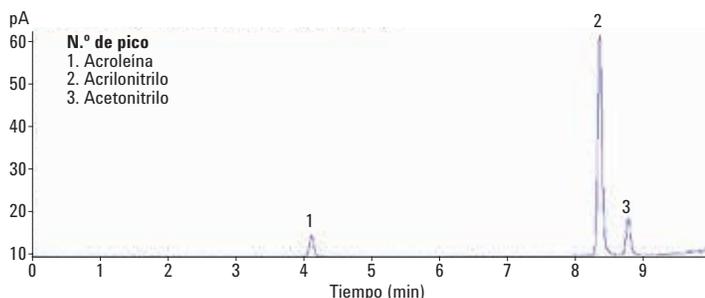


Figura 4. El cromatograma del sistema GC Agilent Intuvo 9000 con el método convertido, utilizando una columna de 250 µm de d.i., muestra el mismo orden de elución y la misma resolución que el método original, y tiempos de retención similares.

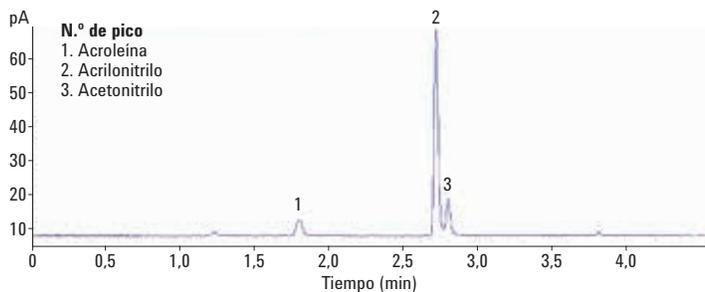


Figura 5. Un método convertido, que aprovecha las altas velocidades de calentamiento que se pueden conseguir con el sistema GC Agilent Intuvo 9000, muestra acroleína (1), acrilonitrilo (2) y acetonitrilo (3) a 1,796 minutos, 2,718 minutos y 2,798 minutos, respectivamente.

Conclusiones

Las herramientas disponibles en el software de cromatografía de Agilent proporcionan un sencillo modo de convertir métodos de una plataforma de GC a otra. En el caso del método HJ-679-2013, la columna usada en el sistema GC Agilent 7890 no estaba disponible para el sistema GC Agilent Intuvo 9000, por lo que se escogió una columna con una relación entre fases similar. También se utilizó la calculadora del traductor de métodos para determinar el flujo de la columna necesario para obtener una cromatografía similar con el mismo programa de horno que el método original. Se conservó el orden de elución y la resolución. Asimismo, la calculadora del traductor de métodos se usó para determinar el nuevo flujo de la columna y el nuevo programa del horno para un método a velocidad optimizada. Dado que se usó la misma fase de columna (DB-WAX UI) en los tres casos, el orden de elución no cambió. Sin embargo, como sí se modificó el espesor de película, la resolución disminuyó en el tercer método (el rápido). Ambos métodos generaron unos resultados cromatográficos excelentes y demostraron la facilidad con la que se pueden aplicar y optimizar métodos analíticos de distintas plataformas de cromatografía de gases para el sistema GC Agilent Intuvo 9000.

Referencia

1. Acrolein, Acrylonitrile, and Acetonitrile by HS-GC, *Agilent Technologies*, número de publicación 5991-8096EN (2017).

www.agilent.com
La información, las descripciones y las especificaciones de este documento están sujetas a cambios sin previo aviso.

© Agilent Technologies, Inc., 2017
Publicado en EE.UU., 16 de agosto de 2017
5991-8331ES



Agilent Technologies