

Simplificación de la conversión de métodos a Intuvo

Introducción

El sistema GC Agilent Intuvo 9000 incorpora tecnología de transformación que simplifica enormemente el funcionamiento y mejora la eficiencia y productividad del laboratorio. Conserva tecnologías y diseños comprobados y establecidos relacionados con inyectores, columnas de sílice fundida y detectores, garantizando que los métodos analíticos convencionales puedan transferirse a Intuvo con facilidad, habitualmente con modificaciones mínimas. Los cromatogramas de Intuvo tienen prácticamente el mismo aspecto que los de los sistemas convencionales. Como se utiliza la misma columna de separación con Intuvo, el orden de elución y la resolución no cambian en comparación con los GC convencionales.

Debido a las pequeñas variaciones inevitables entre las rutas de flujo de un sistema GC a otro, los tiempos de retención de cualquier método dado podrían variar ligeramente al transferirse de un sistema a otro. Independientemente de los sistemas GC entre los que se transfiera un método, siempre es una buena práctica analítica comprobar los tiempos de retención y realizar los ajustes necesarios. El asistente de congelación de tiempos de retención Agilent es una herramienta cómoda y potente que ayuda a automatizar este proceso.

En este resumen técnico se sintetiza lo que se debe tener en cuenta al transferir métodos entre sistemas GC. Aunque este estudio se centra en la transferencia de métodos convencionales a métodos Intuvo, los conceptos son aplicables y útiles al transferir métodos entre dos sistemas de GC cualesquiera. En una nota de aplicación adjunta se detallan seis ejemplos de transferencia de métodos convencionales a Intuvo, como información adicional¹.

Principios básicos de la transferencia de métodos

En general, los métodos convencionales se transfieren sin problemas desde los sistemas de hornos termoregulados por aire hasta los sistemas GC Intuvo. Cuando se transfieren métodos entre sistemas, es importante asegurarse de que los dos sistemas estén configurados de la misma manera. Si el sistema original está configurado con un inyector split/splitless y un detector de ionización de llama, por ejemplo, Intuvo debe configurarse de la misma manera.

Para comentar la transferencia de métodos, es útil identificar los diversos componentes de Intuvo. En la Figura 1 se muestran esos componentes.

Consideraciones sobre el tiempo de retención

Es normal que la longitud de la columna varíe ligeramente de una columna a otra. Si se ha recortado una columna convencional, es probable que su longitud varíe con respecto a la columna Intuvo. Esto podría cambiar ligeramente los tiempos de retención. Es una buena práctica comprobar siempre los tiempos de retención y ajustarlos como sea necesario.

Intuvo tiene una pre-columna de retención incorporada; por lo tanto, cuando se transfiere desde un sistema convencional utilizando una pre-columna de retención parecida (de aproximadamente 0,75 m de longitud), los tiempos de retención deben compararse muy bien. Si el sistema convencional original no utiliza una pre-columna de retención, es probable que exista una diferencia en la longitud de la ruta de flujo con respecto a Intuvo. Esta diferencia podría suponer un ligero cambio cuando se transfiere a Intuvo, especialmente para compuestos de elución inicial. Esto es de esperar y se debe al ligero aumento de la longitud de la pre-columna de retención.

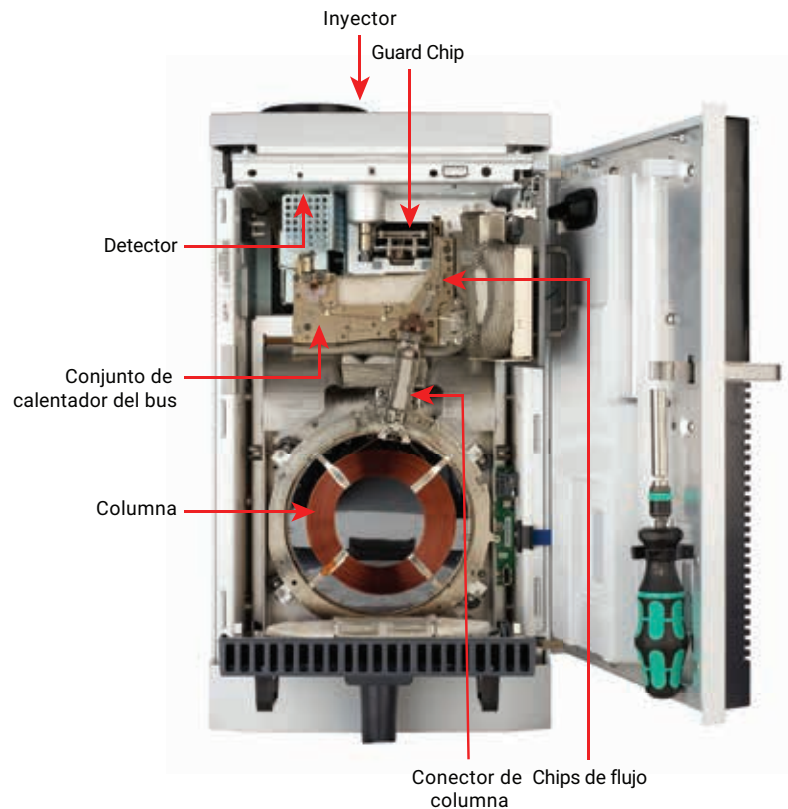


Figura 1. Componentes básicos de la ruta de flujo del sistema GC Agilent Intuvo 9000.

Tabla 1. En la mayoría de las transferencias de métodos, la configuración de la temperatura no precisa la intervención del usuario; es la misma que la convencional o bien la establece automáticamente el sistema GC Agilent Intuvo 9000.

Componente	Función	Configuración de la temperatura
Inyector	Equivalente a la convencional	Igual que la convencional
Guard Chip	Pre-columna de retención	Predeterminada = se establece automáticamente para seguir a la temperatura del horno del método Opcional = el usuario puede hacer cambios
Bloque calentador del bus	Función de horno	Predeterminada = se establece automáticamente por la temperatura del horno Opcional = el usuario puede hacer cambios
Conector de columna		Se establece automáticamente según la temperatura del horno
Columna	Equivalente a la convencional	Igual que la convencional
Detector		

Estos conceptos no son diferentes de los que se utilizan cuando se transfieren métodos entre sistemas de diferentes proveedores, o antiguos, y no son nuevos para Intuvo.

Por ejemplo, en las Figuras 2 y 3 se muestran los cromatogramas y tiempos de retención relativos de más de 60 compuestos medidos mediante métodos idénticos para un análisis 8270D de la Agencia de Protección del Medio Ambiente de EE.UU. en un sistema GC Agilent 7890B y un sistema GC Agilent Intuvo 9000. El método

original 7890B se usó en Intuvo con columnas de idéntica especificación. Esto demuestra que los tiempos de retención son prácticamente iguales. Sin embargo, se evidenció un ligero cambio en los tiempos de retención en algunos compuestos de elución inicial, debido a que el 7890B no estaba equipado con una pre-columna de retención.

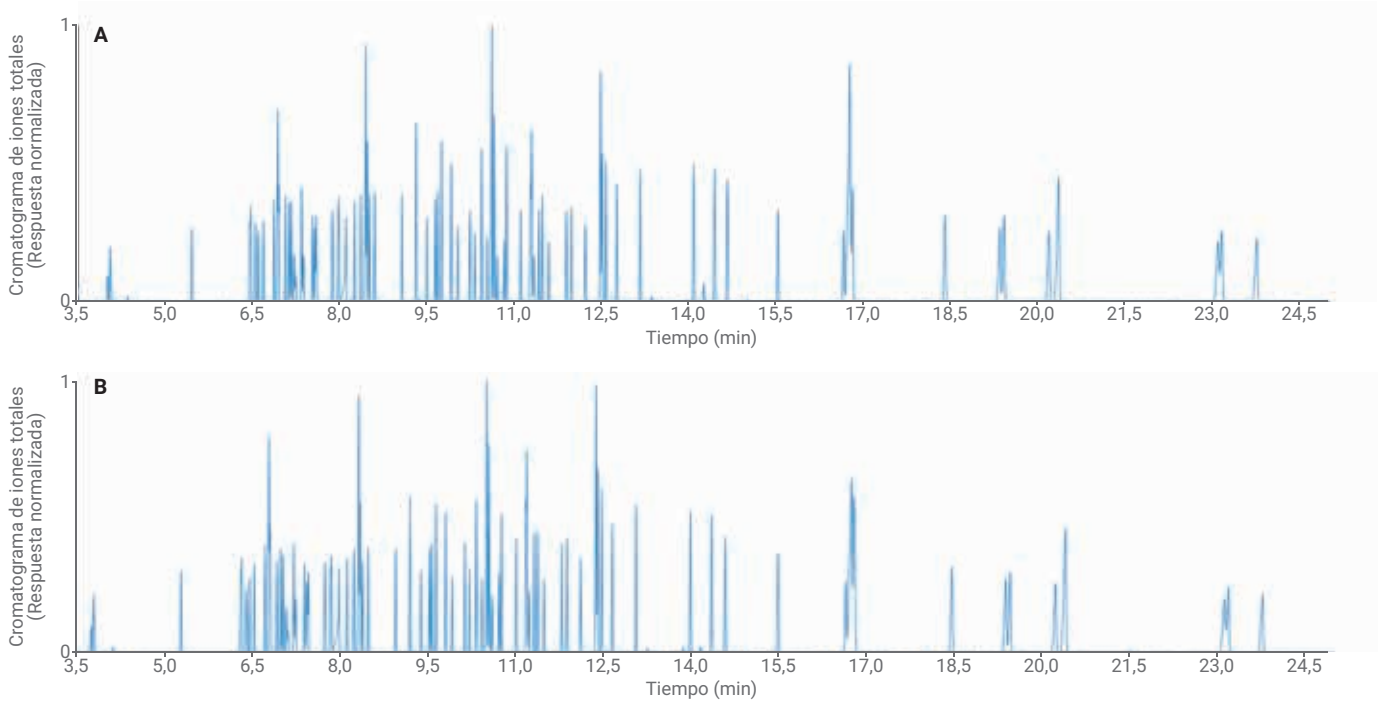


Figura 2. El sistema GC Agilent Intuvo 9000 (A) ofrece un rendimiento casi idéntico al del sistema GC Agilent 7890 (B) con los mismos parámetros del método.

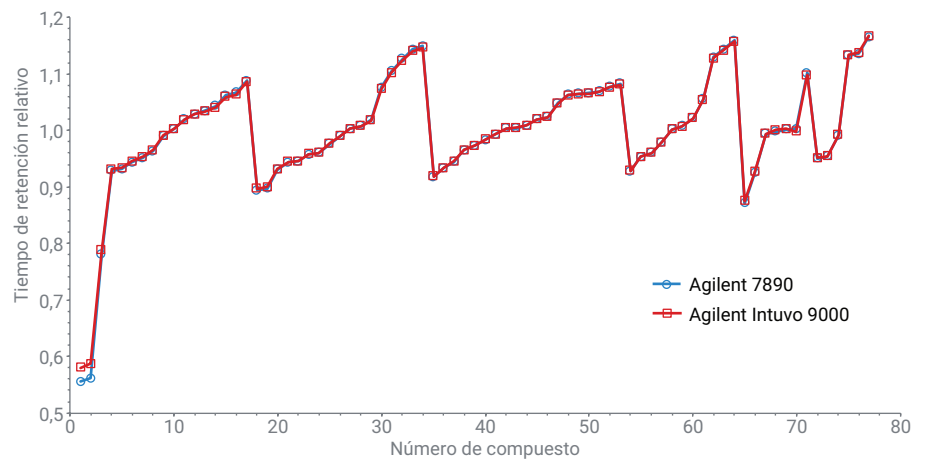


Figura 3. Los tiempos de retención relativos del sistema GC Agilent 7890 y del sistema GC Agilent Intuvo 9000 son prácticamente idénticos.

Configuración de Guard Chip Intuvo

Hay dos opciones de Guard Chip para Intuvo: el Guard Chip estándar (de aproximadamente 0,75 m de largo) y el chip puente (de aproximadamente 0,6 m de largo). Seleccione el Guard Chip para dotar a la columna de la máxima protección contra la contaminación de la matriz de muestra y el chip puente allá donde las muestras inyectadas sean de mayor pureza y haya poca preocupación por la contaminación de la ruta de flujo (consulte el resumen técnico 5991-8447ES *Elija la tecnología Guard Chip adecuada para su aplicación* para obtener más información).

El Guard Chip integrado en Intuvo actúa como pre-columna de retención. En hornos termoregulados por aire convencionales, la pre-columna de retención está dentro del mismo horno que la columna y su temperatura sigue a la de la columna de forma natural. Este es el funcionamiento preferido en Intuvo. Al transferir un método de pre-columna de retención convencional a Intuvo, ponga el Guard Chip en el modo de horno termostatzado. En este modo, la temperatura del Guard Chip sigue a la temperatura del horno para replicar mejor los tiempos de retención entre los dos sistemas (Figura 2).

La configuración de la temperatura automática predeterminada de Intuvo replica mejor el resultado de la metodología convencional. Para ayudar a proteger la columna cuando se analizan muestras con matrices especialmente sucias, el seguimiento de la rampa del horno ayuda a optimizar el potencial de retención de matriz del Guard Chip. Debido a que Intuvo está formado por elementos de ruta de flujo con termostatzación independiente, se pueden ajustar de forma independiente muchas temperaturas de ruta de flujo.

Por ejemplo, se puede establecer un programa de temperatura diferente para el Guard Chip que para la columna en el modo de *rampa de temperatura*. Esto permite usar rampas a una velocidad diferente a la del horno.

En algunos casos, los usuarios avanzados pueden observar que una rampa ligeramente alterada para el Guard Chip podría mejorar la cromatografía. Por lo general, el modo de rampa de temperatura se puede utilizar para ajustar el Guard Chip (o el chip puente) a una temperatura isotérmica (por ejemplo, entre el inyector y el máximo del horno), que es probablemente la forma más sencilla y mejor de analizar volátiles utilizando el espacio de cabeza o el muestreo de purga y trampa. Cuando se desarrollan métodos para obtener la máxima productividad de las muestras de alta pureza, establecer una temperatura isotérmica para el chip puente (rampa cero en el modo de *rampa de temperatura*) puede ser una buena estrategia para aumentar la productividad al máximo.

Si al transferir un método convencional establecido el objetivo es una producción (y productividad) cromatográficas equivalentes, la configuración predeterminada automática más sencilla es siempre la mejor para lograr la equivalencia.

Configuración del chip de flujo Intuvo

La ruta de flujo entre el Guard Chip y la columna está compuesta por uno o más chips de flujo Intuvo montados en un conjunto de calentador independiente llamado bus (Figura 1). Por defecto, la temperatura del calentador del bus se ajusta automáticamente en un valor programado isotérmico basado en la temperatura del horno del método. El bus calienta a la misma temperatura todos

los chips de flujo Intuvo montados en el conjunto de calentador bus (por ejemplo, el chip de flujo del inyector, del detector o de retroflujo).

Al igual que con la configuración del Guard Chip, la configuración predeterminada del conjunto de calentador del bus puede anularse manualmente. Puede haber algunos casos en los que una temperatura del bus ligeramente más baja (quizás 20 °C menos) pueda ser de cierta utilidad, como por ejemplo, en el caso del análisis de compuestos termolábiles.

Configuración del detector

Los detectores se conectan al conjunto de calentador del bus y a los chips de flujo integrados como colas para detectores. Estos conectores se calientan a la misma temperatura que la temperatura del detector establecida por el método y no necesitan ningún ajuste adicional para transferir el método a Intuvo.

Configuración de flujos del método

En general, la configuración de flujos de Intuvo es equivalente a la configuración de flujos del método en los sistemas de hornos termoregulados por aire convencionales, y se pueden transferir directamente.

Sin embargo, Intuvo simplifica enormemente el retroflujo y reduce el número de decisiones necesarias. En un resumen técnico aparte se proporcionan directrices para trasladar bases de datos basadas en el tiempo de retención que pueden verse afectadas por cambios sutiles en la velocidad de flujo.

Conclusiones

En general, la transferencia de métodos de un GC convencional a Intuvo es sencilla. Intuvo funciona de la misma manera que un cromatógrafo de gas convencional. Los parámetros del inyector multimodo y split/splitless, las fases estacionarias de la columna capilar, los programas de temperatura del horno y los valores programados del detector son los mismos cuando se transfieren los métodos de una plataforma a la otra. Sin embargo, Intuvo ofrece algunas capacidades adicionales opcionales. La configuración predeterminada automática hace que estas opciones sean transparentes para el usuario. En casos concretos, el usuario avanzado puede acceder a un mayor control para ayudar a optimizar aún más las aplicaciones.

A continuación se ofrece un resumen de alto nivel de los aspectos que deben tenerse en cuenta al transferir métodos convencionales a Intuvo:

- Un método convencional es una forma excelente de comenzar un método para Intuvo. Probablemente ya tendrá hecho más del 90 % del trabajo.
- Seleccione el Guard Chip para las muestras más sucias y el chip puente para las muestras de mayor pureza.
- Deje que se establezca automáticamente la configuración predeterminada del Guard Chip y del chip puente para lograr los resultados más equivalentes con un método existente.
- Considere la posibilidad de ajustar manualmente temperaturas ligeramente inferiores a las predeterminadas (por ejemplo, 20 °C menos) para el conjunto de calentador bus para analitos muy termolábiles.
- Considere un chip puente con configuración isotérmica para medir volátiles por espacio de cabeza o purga y trampa.

Referencias

1. R. Veeneman, Transferencia de métodos a Intuvo: Seis ejemplos prácticos, Agilent Technologies Technical Overview, número de publicación 5991-9150ES, marzo de **2018**.
2. R. Veeneman, Elija la tecnología Guard Chip adecuada para su aplicación, *Agilent Technologies Application Note*, número de publicación 5991-8447ES, noviembre de **2017**.
3. R. Veeneman, Actualización de las librerías de tiempos de retención de pesticidas para el sistema GC Agilent Intuvo 9000, número de publicación 5991-8446ES, noviembre de **2017**.

www.agilent.com/chem

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2018
Impreso en EE. UU., 5 de abril de 2018
5991-9149ES