

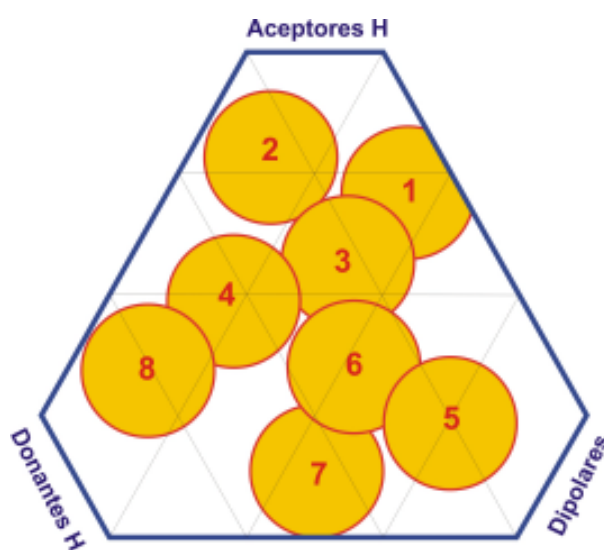
Estrategias en el uso de Eluyentes en UPFP

Interchim innovations

La Cromatografía en Capa Fina (TLC) es la técnica de control rápido más utilizada en los laboratorios de Química orgánica. En general la TLC permite, de una manera fácil y económica, la detección en los crudos de reacción de los compuestos principales y sus impurezas.

Usar diferentes combinaciones de eluyentes con diferente fuerza eluyente permite seleccionar la combinación que ofrezca una buena retención (R_f entre 0.15 y 0.35 si se desea transponer el método a UPFP) y la máxima resolución entre los compuestos de interés.. Muchas veces el uso de una combinación de eluyentes diferentes pero de similar fuerza eluyente permite mantener la retención y mejorar la resolución.

La imagen muestra el llamado "Triángulo de Selectividad". Este gráfico permite al técnico conseguir un cambio en la selectividad del solvente de un modo mucho más rápido que con una selección aleatoria.



Grupo 1

Éter Etílico (F=0.38)

Grupo 2

2-Propanol (F=0.82)

Etanol (F=0.88)

Metanol (F=0.95)

Grupo 3

Tetrahidrofurano (F=0.57)

Grupo 4

Ácido Acético (F=1.00)

Grupo 5

Diclorometano (F=0.42)

Grupo 6

Acetato de Etilo (F=0.57)

Dioxano (F=0.56)

Acetona (F=0.56)

Acetonitrilo (F=0.65)

Grupo 7

Tolueno (F=0.29)

Benceno (F=0.32)

Grupo 8

Cloroformo (F=0.40)

Agua (F=1.11)

Siempre que sea posible, para optimizar la selectividad, se deberían usar mezclas con hexano y Acetato de Etilo (G6), Cloruro de Metileno (G5), Tolueno (G7), THF (G3) y Éter Etílico (G1). Estas combinaciones generan un amplio rango de selectividad y permiten definir la mejor opción para decidir los eluyentes más adecuados para UPFP.

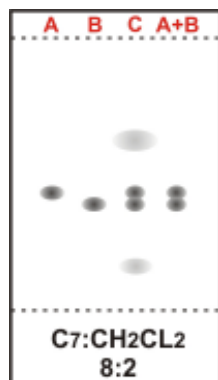
La tabla siguiente muestra las características principales de los eluyentes usados en UPFP y el grupo al que pertenecen.

En la tabla se especifican las longitudes de onda aproximadas en nm, por debajo de las cuales la absorbancia del solvente puede resultar inaceptable. En trabajos *cuantitativos* la longitud de onda (L_0) puede fijarse de tal manera que el valor de la absorbancia en una celda de 10mm sea 0.05 UA (relativa al agua, $A_{1cm} > 0.05$). En trabajos *cualitativos*, se puede trabajar a longitudes significativamente menores y la mayoría de los técnicos aceptan un valor de corte basado en 1UA (L_1 , relativa al agua, $A_{1cm} > 1.0$). Sin embargo si la curva de absorción sube fuertemente, puede que el rango de longitudes de onda disponibles no sea muy amplio.

Eluyentes y sus características

	L ₀	L ₁	Fuerza	Grupo		L ₀	L ₁	Fuerza	Grupo
Heptano	230	200	0,01	-	Metanol	240	205	0,95	2
Pentano	230	200	0,01	-	Ácido acético			1	4
Hexano	225	195	0,01	-	Agua	190	185	1	8
Isooctano	230	210	0,01	-	Etilén Glicol			1,11	4
Ciclopentano	220	195	0,04	-	n-Propanol	250	210	-	2
Ciclohexano	235	200	0,04	-	s-Butanol	285	260	-	2
Tetracloruro de carbono	265		0,18	-	Isobutanol	250	200	-	2
Tolueno	315	285	0,29	7	n-Butil acetato	275	255	-	-
Benceno	295	280	0,32	7	2-Metoxietanol	270	200	-	-
Dietil éter	255	220	0,38	1	2-Mtioxietanol	280	210	-	-
Cloroformo	260	240	0,40	8	1,2-Dimethoxyethane	300	220	-	-
Diclorometano	245	230	0,42	5	4-Metilpentanona [MIBK]	375	335	-	-
Butan-2-one [MEK]	345	330	0,51	-	5-Metilhexanona [MIAK]	350	330	-	-
n-Butanol	245	215	0,56	2	1,2-Dicloroetano	250	230	-	-
p-Dioxano	290	220	0,56	6	Tetracloroetileno	320	290	-	-
Acetona	205	225-300	0,56	6	Tricloroetileno	>400		-	-
Etil acetato	280	260	0,57	6	NN-Dimetilformamida	300	270	-	3
Tetrahidrofurano	280	220	0,57	3	Nitrometano	>400	380	-	-
Acetonitrilo	200	190	0,65	6	Clorobenceno	310	285	-	7
Piridina	345	325	0,71	-	1,2-Diclorobenceno	350	295	-	7
Dimetilsulfóxido	330	285	0,75	-	o-Xileno	325	290	-	7
2-Propanol	240	205	0,82	2	1,2,4-Triclorobenceno	350	?	-	7
Etanol	240	205	0,88	2					

Como ejemplo tomemos la placa siguiente (donde A = Producto A, B = Producto A, C = CRUDO, A+B: Mix A+B):



La separación se ha obtenido en SiO₂ con Heptano:CH₂Cl₂. En estas condiciones la Fuerza del eluyente se calcula según:

$$F_T = A \times F_A + B \times F_B \text{ es decir: } F_T = 0.8 \times 0.01 + 0.2 \times 0.42 = 0.092$$

F_T = Fuerza Total

A = % A

F_A = Fuerza A (Heptano 0.01)

B = %B

F_B = Fuerza B (Cloruro de Metileno 0.42)

El Triángulo de Selectividad Anterior indica que el Cloruro de Metileno (el más polar) pertenece al **Grupo 5**, por lo que tendremos que seleccionar un eluyente **lo más alejado posible** de ese Grupo, por ejemplo alguno del Grupo 2 o Grupo 8.

Si, por razones de estabilidad seleccionamos el Cloroformo, perteneciente al Grupo 8. la composición del nuevo eluyente binario (manteniendo el Heptano) será:

$$B_{\text{nuevo}} = B \times F_B / F_{\text{nuevo}} \text{ por lo tanto } B_{\text{nuevo}} = 0.2 \times 0.42 / 0.40 = 0.21 \text{ es decir}$$

8:2 (C₇:CHCl₃)

Si Seleccionamos, por ejemplo, el 2-Propanol, del Grupo 2 resulta:

$$B_{\text{nuevo}} = B \times F_B / F_{\text{nuevo}} \text{ por lo tanto } B_{\text{nuevo}} = 0.2 \times 0.42 / 0.82 = 0.1 \text{ es decir}$$

9:1 (C₇:IPA)

En este caso la nueva selectividad **invierte** A y B pero se obtiene **mejor separación**.