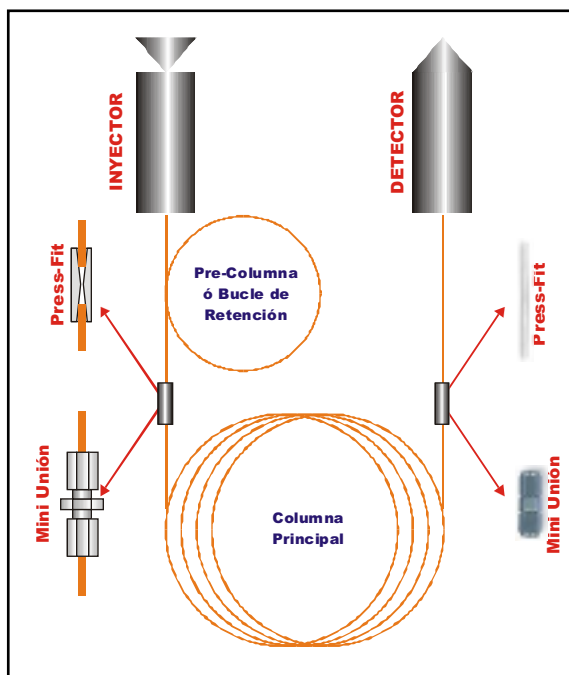


Precolumnas y Bucles de Retención

Bucle de Retención, Compatibilidad Fase Solvente, Conexión, Corte de Columnas, Mini-Unión, Poliimida, Pre Columna, Press-Fit, Resina.

Una precolumna y un bucle de retención son el mismo tipo de accesorio pero con objetivos diferentes. Ambos son un tubo de sílice desactivada, ó en los sistemas más modernos, un tubo de sílice pretratada tipo metilsilicona (Fase Tipo 1), fenilmetilsilicona (Fase Tipo 5) ó polietilenglicol (Fase Tipo Wax) de 2 a 5 metros que se instala entre el inyector y el comienzo de la columna. (ver Figura). Los tubos desactivados no contienen fase estacionaria con lo que se minimizan las interacciones de los solutos, y los tratados con alguna fase suelen presentar mayor inercia química frente a compuestos muy polares aunque presenten interacción con los solutos. La unión entre la precolumna y la columna principal se puede efectuar mediante conexiones de vidrio ó cuarzo (pres-fit) o mediante conexiones de tipo GLT (Glass Lined Tubing) con sellos de vespel ó vespel grafito.

El primer sistema es más económico pero requiere una manipulación precisa y un corte perfecto de la columna (ver figura) y de la precolumna para garantizar un cierre hermético.



El segundo sistema (ver figura) produce un mayor coste inicial, pero si se han de manipular columnas y precolumnas continuamente, sobretodo por personal no demasiado experto, resulta más económico y seguro a la larga. Es conveniente que los diámetros de los tubos sean parecidos, pero si han de ser diferentes es preferible que el diámetro de la precolumna sea mayor que el de la columna principal.

Usualmente se aconsejan precolumnas de 0.32mm con columnas de 0.25mm de diámetro interior.

Si la conexión ha de ser entre la columna principal y el detector, caso corriente si se instalan continuamente columnas de diferente tipo, el diámetro del tubo de conexión ha de ser el mismo ó inferior al de la columna principal.

Si las conexiones son del tipo mini-unión

la calidad del corte de los extremos de las columnas a unir no resulta tan crítica. Si se opta por un press-fit, sólo se obtendrán resultados positivos si los cortes son los más exactos posibles, puesto que la columna ha de realizar un cierre hermético tras una breve compresión contra la pared interna del tubo de cuarzo.

Si el corte es irregular el cierre es también irregular y es probable que se produzcan fugas, ó, lo que resulta más peligroso que los solutos entren en contacto con la pared externa de poliimida de la columna, material que es muy adecuado para la protección del tubo de sílice, pero que al mismo tiempo es muy reactivo. Nunca selle las conexiones de las columnas con resina de poliimida: no solo es un procedimiento irreversible, sino que además existe el riesgo de inundar

con resina la zona de interconexión de cuarzo, con lo que es segura la aparición de problemas de adsorción irreversible. En las figuras siguientes se muestran cortes de columnas ampliados.



Si no se posee la debida experiencia para utilizar un cortador de zafiro, existen cortadores especiales de diamante que garantizan un corte perfecto.

¿Cuándo se utilizan precolumnas?

Las precolumnas se usan cuando las muestras contienen residuos no volátiles que puedan contaminar la columna, haciendo que éstos se depositen en la columna inicial y no en la principal, permitiendo el paso de los solutos a la columna principal.

Aunque los residuos no contaminen la columna principal, un exceso de éstos puede también ocasionar la aparición de deformaciones en la forma de los picos: un corte o sustitución periódica de la precolumna devuelve el sistema a sus condiciones óptimas.

Recuerde: la aparición de asimetrías, colas o la disminución del área de algunos solutos sensibles es síntoma claro de que se ha de proceder al corte o a la sustitución de la precolumna.

¿Cuándo usar bucles de retención?

Los bucles de retención se utilizan para mejorar la forma de los picos en cierto tipo de muestras, columnas y condiciones cromatográficas. Usualmente se utilizan entre 2 y 5 m como mínimo de tubo para obtener los beneficios de un bucle de retención. Las situaciones que más agradecen el uso de estos accesorios son las que requieran grandes volúmenes de inyección (>2 L), y existan diferencias entre la polaridad del solvente y la fase estacionaria inyectando en condiciones de Split-Less, On-Column ó Inyección Directa. El efecto de mejora más inmediato se encuentra en los picos que eluyen cerca del solvente o de polaridad similar. Muchas veces una precolumna también permite obtener los beneficios de los bucles de retención.

¿Qué tipo de fase es conveniente usar en un bucle de retención?

La tabla siguiente detalla cuales son las combinaciones fase/solvente y aplicación más importante en el uso de bucles de retención.

Fase	Polaridad	Compatibilidad	Aplicación
100% Metil	No Polar	Hidrocarburos, como pentano, heptano, iso-octano, aromáticos y solventes mixtos (n-parafinas con halogenados).	Uso general como bucles de retención y precolumnas en HRGC. También se usan en aplicaciones de biotecnología.
5% Fenil/95% Metil	Polaridad Media	Solventes halogenados, cetonas y alcoholes.	En aplicaciones de alta temperatura y separaciones de moléculas de alto peso molecular.
Polietilenglicol (Wax)	Muy Polar	Muestras Acuosas	Análisis de aromáticos

Cómo Usar conectores Press-Fit

1. Limpie la unión de cuarzo con acetona y deje que se evapore el solvente.
2. Con un cortador cerámico, de zafiro o una punta de diamante marque el tubo a unos 2 cm del extremo de la columna.
3. Aplique una ligera presión para partir la columna en la zona de la marca.
4. Con una lupa de 10 a 20X inspeccione el corte. Si no es regular o observa fragmentos de poliimida o de cuarzo vuelva al punto 2 y repita la operación. Si tras algunos intentos no consigue un corte limpio cambie el tipo de cortador por uno circular de diamante.
5. Moje el extremo de la columna con Metanol y deje que evapore.
6. Con cuidado inserte la columna en el press-fit limpio y presione ligeramente con los dedos hasta que la columna clave en la pared interior del tubo.
7. Inspeccione la unión con la lupa. Si el cierre es correcto notará que se ha formado un anillo regular de color más claro en la zona de contacto entre la columna y la pared interior del conector.
8. Puede comprobar la ausencia de fugas introduciendo algunos μL de metanol con una microjeringa entre la parte externa de la columna y la interna del press-fit. El cierre es hermético cuando no se aprecian microburbujas de gas portador
9. Efectúe uno o dos ciclos de temperatura y compruebe el punto 8
10. Recuerde: no utilice resina de poliimida para sellar las uniones.

Para más información contacte con:

Cromlab S.L.

Acer 30, 32

08038 Barcelona

tel. +34 93 223 33 19

fax +34 93 223 16 37

email cial.cromlab@ctv.es

internet www.cromlab.es