

Fraccionador para GC de DVLS (GCF)

Automatiza la recolección de micro fracciones para un análisis GC-MS

La cromatografía de gases (GC) es una técnica superior para separar muchos compuestos. El fraccionamiento de los compuestos de un análisis cromatográfico requiere una configuración compleja y permite recoger sólo un número limitado de fracciones. Por esta razón se usa preferentemente un fraccionamiento posterior a la columna después de un análisis de cromatografía líquida. La universidad VU de Ámsterdam desarrolló una nueva tecnología analítica para un fraccionamiento altamente eficiente, de alta resolución y alto rendimiento de compuestos después de una separación por GC. Da Vinci Laboratory Solutions diseñó las piezas de hardware dedicadas y también el software para automatizar el fraccionamiento.

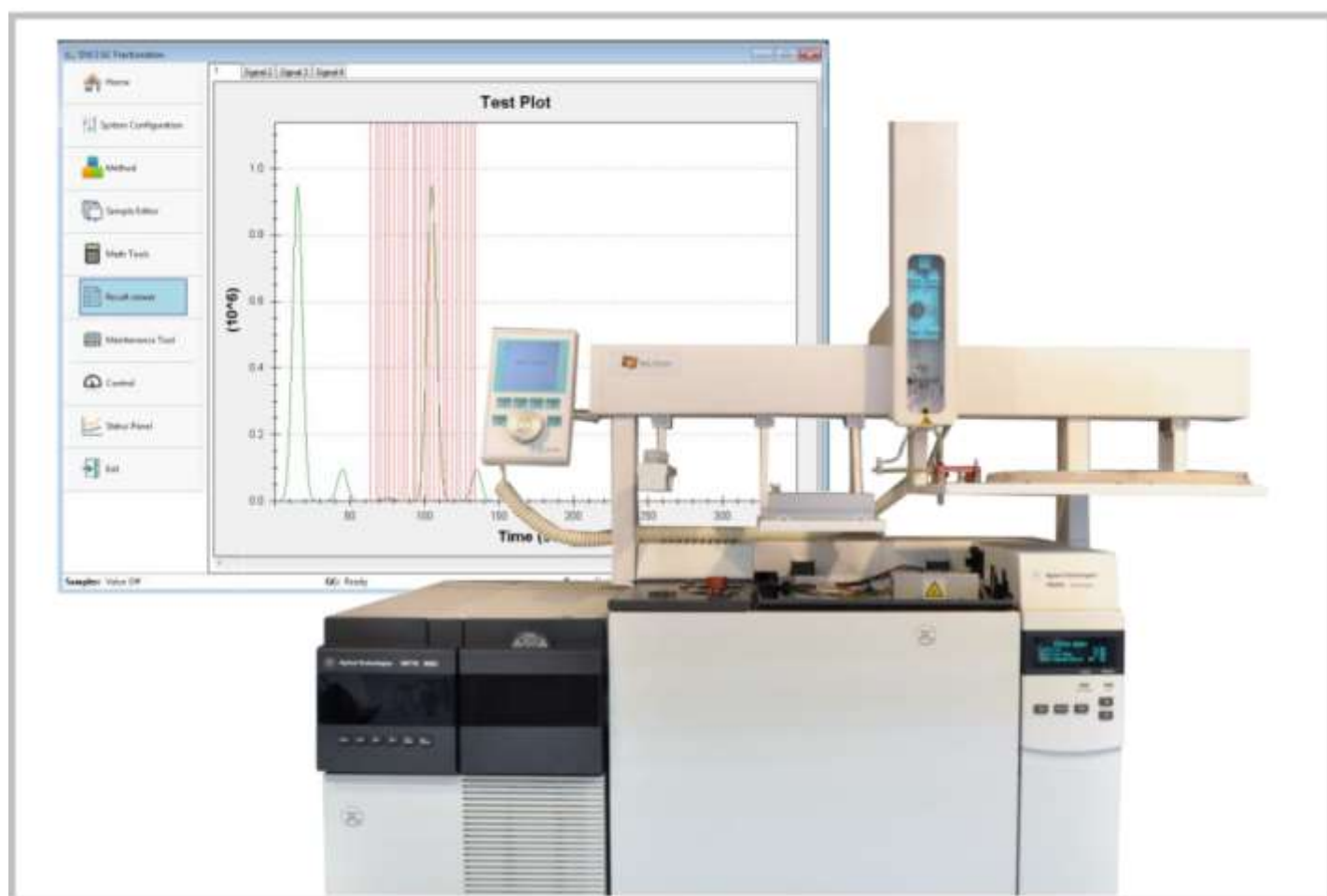
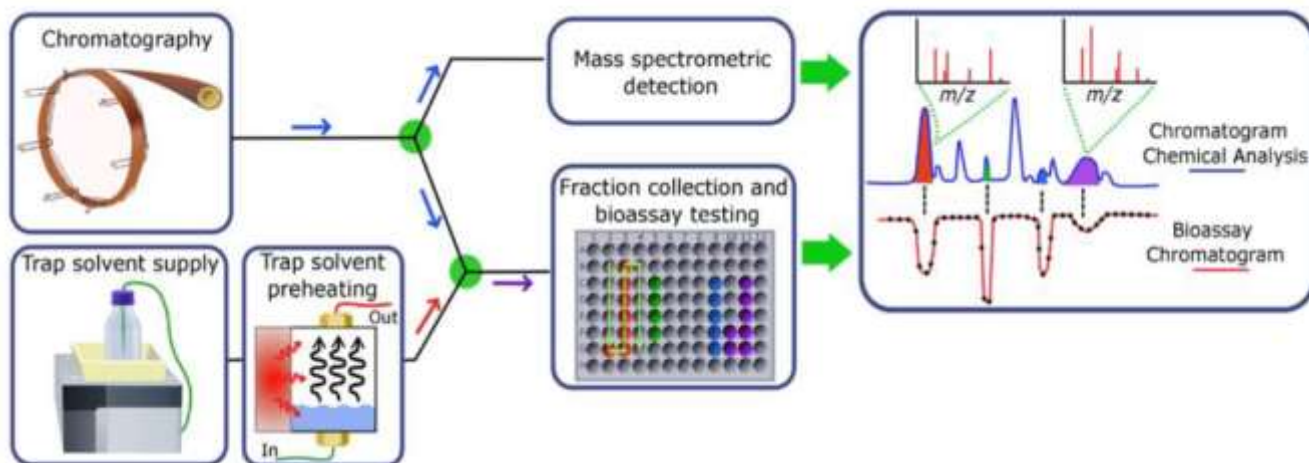


Figura 1: Fraccionador para GC de DVLS (GCF)

Fraccionamiento post-columna

La tecnología de fraccionamiento se basa en la infusión post-columna de un disolvente con bajo punto de ebullición, por ejemplo, pentano, hexano o acetonitrilo en el horno del GC. Antes de la infusión, el disolvente se precalienta.

Directamente después de la infusión, una columna capilar de transferencia dirige el flujo del disolvente a una placa de pocillos o a un vial. El disolvente eluye mientras atrapa los compuestos que eluyen desde la columna capilar del GC. El capilar de transferencia está conectado a un colector de fracciones. Después de la evaporación del disolvente las fracciones secas pueden usarse para análisis adicionales.¹



Proceso de fraccionamiento

1. Inyección de muestra en el GC

La muestra se inyecta utilizando un inyector automático con portal splitless.

2. Separación cromatográfica de los compuestos

A través de la evaporación en liner inerte, el disolvente y los analitos se transfieren a la columna capilar para su separación.

3. División del efluente GC al FID o al colector/MS de fracciones

El disolvente y los analitos se dirigen al conector de 3 vías en la salida de la columna capilar.

4. Infusión de disolvente portador

En el conector de 3 vías, el gas portador que contiene los analitos se mezcla con un flujo portador para ayudar a la recolección de fracciones y para disolver los analitos mediante el uso de un Smart grip.

5. Recolección de las fracciones en viales de muestra (de 2, 10 ó 20 ml) o en una placa de pocillos de 96 o 384 posiciones. La mezcla gas-líquido con los compuestos eluyentes se recoge en viales o placas de pocillos usando el muestreador XYZ. Para aumentar la concentración de los compuestos simplemente repetir las inyecciones en los mismos pocillos o viales.

6. Evaporación del disolvente

El disolvente portador volátil se evapora y los compuestos fraccionados permanecen en los viales o en la placa de pocillos.

7. Realizar el análisis de los compuestos que están en la placa de pocillos o viales.

8. Se puede realizar un análisis adicional con la técnica de bioensayos después de la evaporación de la placa de pocillos.



Figura 2: Colector DVLS Smart Grip

Tecnología robusta

El Fraccionador para GC de DVLS utiliza una tecnología muy sencilla que permite la recolección de un gran número de fracciones durante un análisis cromatográfico. Esta tecnología ha demostrado ser una solución muy robusta para aplicaciones ambientales.

Las pruebas de bioensayo de las fracciones se realizan como prueba de concepto para detección de toxicidad en muestras ambientales.

System Configuration	
Instrument	Agilent 7890B GC
Injector	Agilent Splitless @ 275°C
Column	Agilent VF-5ms, 30 m x 250 µm x 0.25 µm
Sampler/collector	GERSTEL XYZ Sampler equipped with DVLS smart grip collector
Splitter	TBD
Carrier gas	Helium @ 5 ml/min constant flow
Oven program	60°C (2 min) – 20°/min – 300°C (5 min)
Carrier solvent	Hexane @ 300°C, 0.15 ml/min
Detector	FID, 250°C, 200 Hz H ₂ flow, 40 ml/min Air flow, 450 ml/min N ₂ flow, 45 ml/min

Fraccionamiento de cromatogramas completos

El enfoque del fraccionamiento totalmente automatizado basado en la infusión post-columna de un disolvente volátil precalentado permite la recolección de microfrazciones (5seg o más) y es capaz de recoger una separación cromatográfica completa en hasta 384 fracciones con detección espectrométrica paralela de masas. Además, la alta repetibilidad del proceso de recolección de fracciones permite múltiples rondas de fraccionamiento de la misma muestra para aumentar la concentración de compuestos recogidos, como se muestra en la Figura 3.

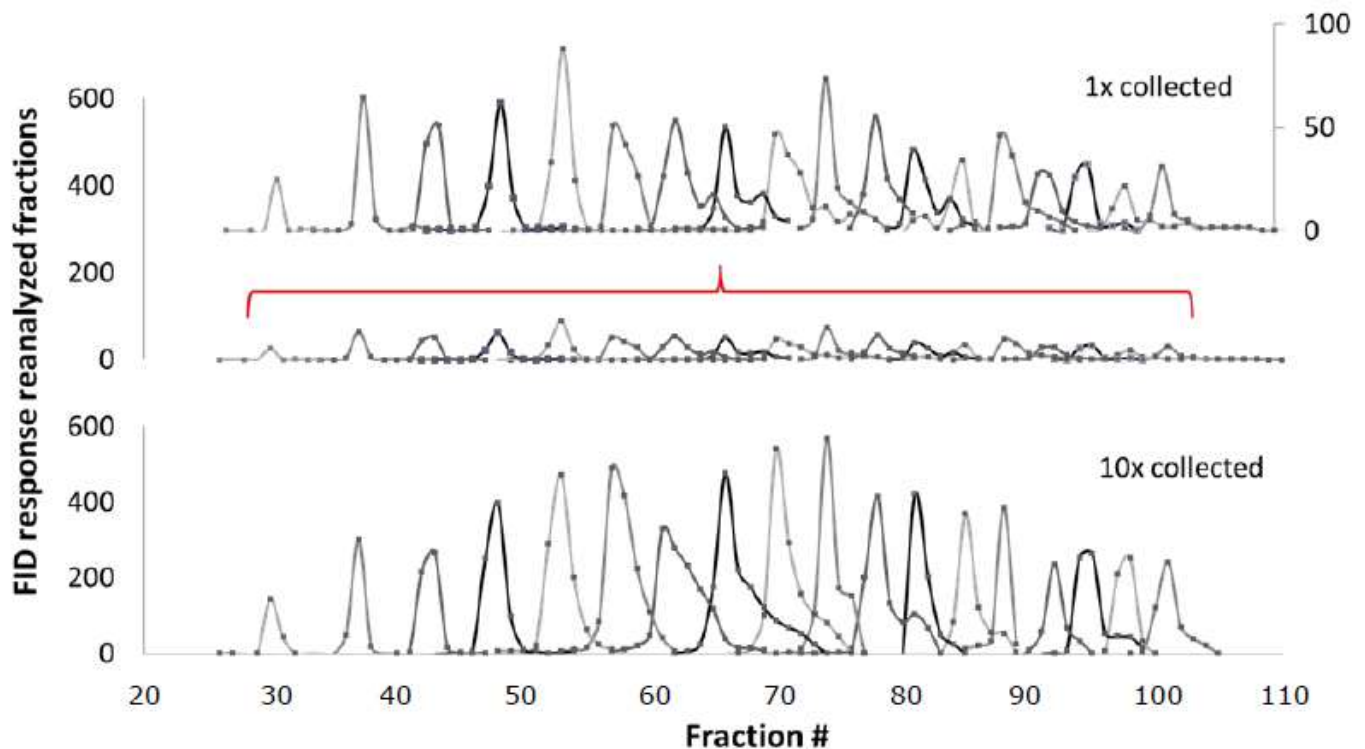


Figura 3: Ciclos múltiples de fraccionamiento aumentan la concentración de los compuestos recogidos

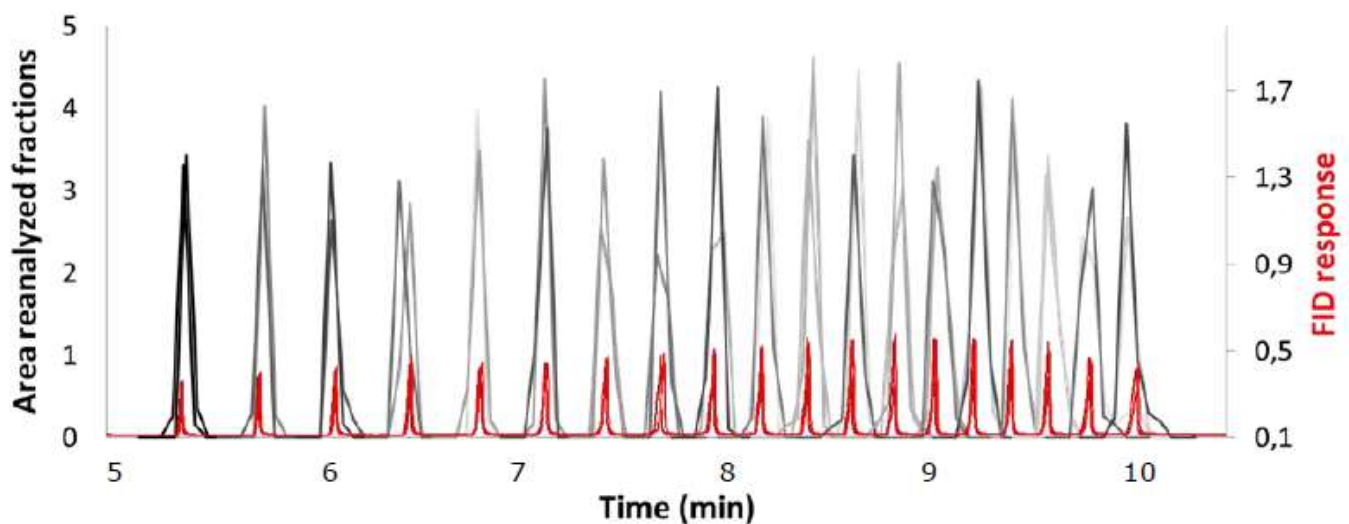


Figura 4: Respuesta FID de las fracciones reanalizadas

REFERENCIAS:

¹ Fractionation of all GC peaks—LabVision, September 2015, pp 10 - 13

² High-Resolution Fractionation after Gas Chromatography for Effect-Directed Analysis—Anal. Chem., 2013, 85 (17), pp 8204–8211

Automatización de Software

El software del Fraccionador para GC desarrollado por Da Vinci Laboratory Solutions automatiza el control del GC, del muestreador y de la bomba. El menú intuitivo le permite configurar la configuración del sistema, definir los parámetros para el método GC, realizar el mantenimiento y controlar el sistema como se muestra en la Figura 5. Después de definir la secuencia, el análisis puede ser verificado con el visor de resultados como se muestra en la Figura 6.

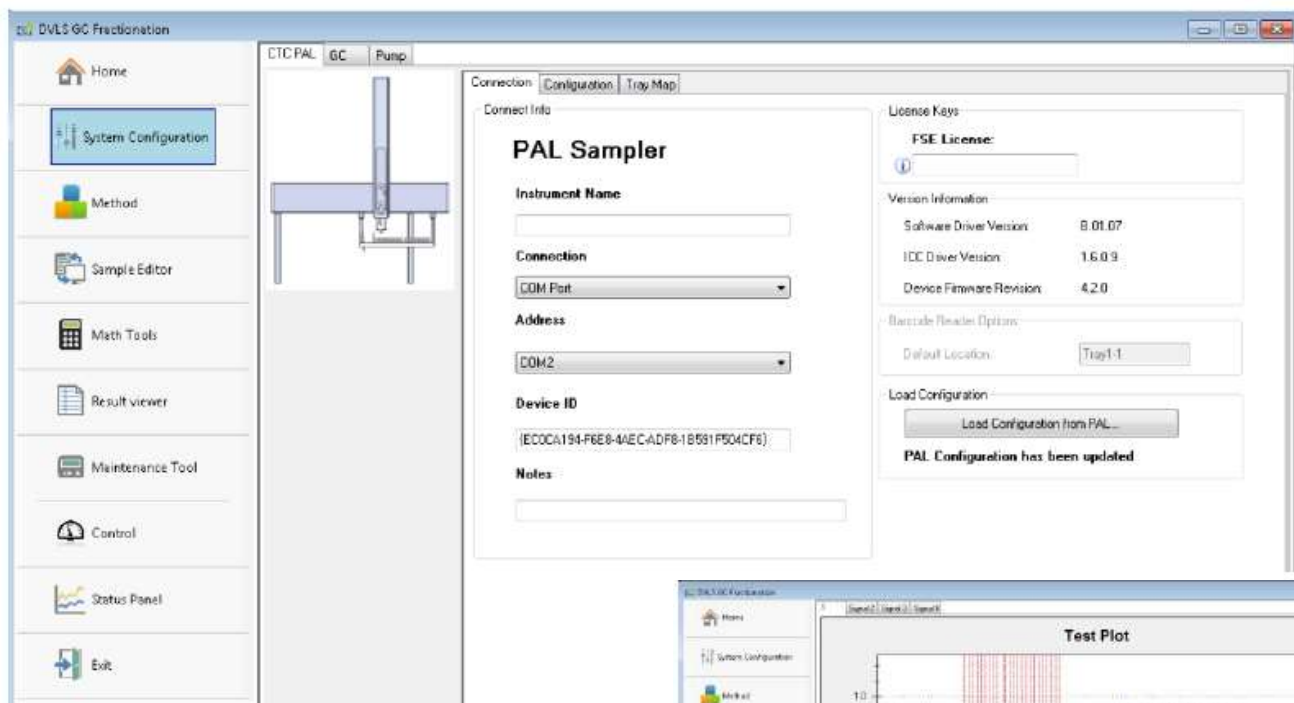
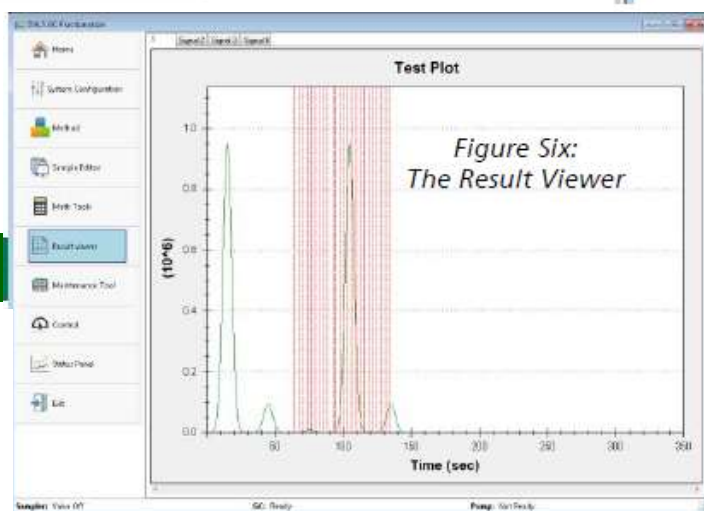


Figura 5: Control del Software

Ventajas Clave

- Solución de fraccionamiento para GC robusta, fácil de operar y automatizada
- Fraccionamiento de cromatogramas completos en una resolución de segunda escala
- Las inyecciones múltiples para fraccionamiento repetido en los mismos pocillos o viales permiten aumentar la concentración de compuestos separados
- La combinación de la potente separación cromatográfica con la sensibilidad y selectividad de un bioensayo/MS permite la identificación de bioactivos por correlación directa.
- La división en paralelo al análisis químico on-line hace posible correlacionar la cromatografía on-line con las fracciones recogidas para el análisis off-line.



- El método de siembra de células post-columna hace posible la transferencia directa a bioensayos sin necesidad de etapas adicionales de pipeteo y diluciones.
- Para muestras ambientales, el fraccionamiento para GC combinado con bioensayos celulares que alteran el sistema endocrino permite un Análisis Directo de Efectos (EDA) rápido y de alta resolución.

PARA MÁS INFORMACIÓN:

GALLPE-AC
Soluciones y Servicios Profesionales, S.L.
info@gallpe.com • www.gallpe.com