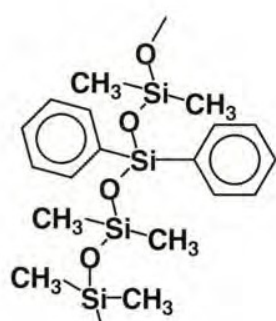
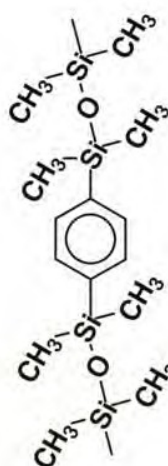


El Sangrado de Columna



5% Fenilsiloxano



5% Fenilpolisilfenilénsiloxano

FIGURA 3

¿Por qué el Sangrado de Columna puede ser un problema?

Las sensibilidades analíticas y los límites de detección actualmente son una función de la relación Señal/Ruido (S/N Signal to Noise Ratio). Disminuir el ruido implica un aumento inmediato de la sensibilidad instrumental, especialmente en los nuevos espectrómetros basados en Trampas Iónicas.

El sangrado de columna contribuye significativamente al ruido (ver Fig. 1), disminuye la integridad espectral (ver Fig. 2), reduce la velocidad de estabilización del instrumento, disminuye la vida de la columna y la reproducibilidad a nivel de trazas.

¿Qué es el Sangrado de Columna?

Es la degradación normal del polímero de la fase estacionaria. Esta degradación se acelera a mayores temperaturas, de aquí la deriva de la línea de base al aumentar la temperatura de la columna (ver Fig. 2)

¿Quién necesita una columna de Bajo Sangrado?

Las columnas de bajo sangrado no son sólo útiles en un GCMS. Cualquier cromatografista que necesite una elevada sensibilidad instrumental ha de ser consciente del efecto del sangrado. Muchos detectores (MS, FID, ECD, NPD) son sensibles a la contaminación causada por el sangrado y requieren menos mantenimiento con columna de bajo sangrado. Los usuarios de Trampas Iónicas pueden beneficiarse especialmente con este tipo de fases, a causa de la relación única entre la capacidad de almacenamiento de iones de la trama y la sensibilidad instrumental. Muchos usuarios seleccionan este tipo de fases debido a su superior inercia química y mayores límites de temperatura operativos.

¿Qué es una columna MS?

A medida que los Espectrómetros de Masas se van haciendo más populares, se pide cada vez más poder analizar un amplio espectro de compuestos a nivel de trazas y a

Compare el ruido

Los límites de detección son una función de la relación Señal/Ruido (S/N). El menor sangrado de una columna "ms" disminuye el ruido. ¿El resultado? Mayores relaciones S/N y menores límites de detección para todos los GC y GCMS.

En el ejemplo, el ruido pico a pico es menor, y la contribución general al ruido es menor usando una columna 5% polisilfenilénsiloxano

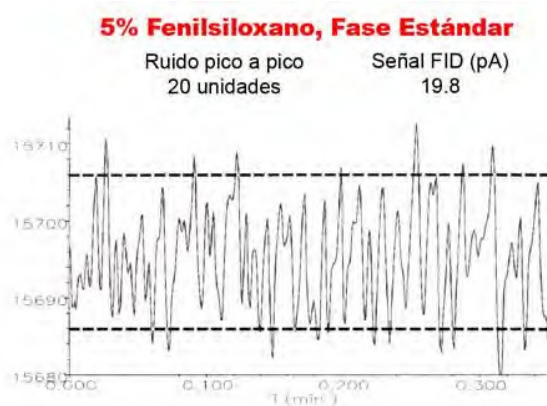
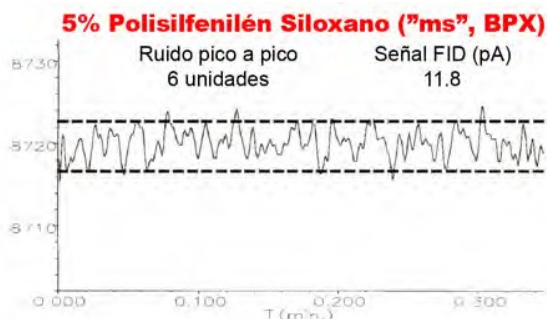


FIGURA 1

mayores temperaturas operativas. Estas muestras requieren, por lo tanto, columnas que puedan satisfacer estas necesidades. Parece lógico aplicar el apelativo “ms” (o “BPX” en otros fabricantes) a columnas diseñadas **deliberadamente** diseñadas para el análisis cromatográfico de un mayor rango de compuestos a bajo nivel de concentración ofreciendo un menor sangrado a mayores temperaturas operativas.

¿Las columnas de bajo sangrado y las columnas MS son el mismo producto?

¿Qué hace que una columna “ms” (o “BPX”) sea única? La química específica del polímero y un proceso de desactivación único. Algunos

fabricantes de columnas simplemente seleccionan las mejores columnas de los lotes de fabricación de las columnas estándar para darles el calificativo de “adecuada para MS”, “aprobada para MS” o “certificada para MS”. Las columnas realmente “ms” (o “BPX”), usan diferentes procedimientos de desactivación y diferentes químicas que aumentan las prestaciones cromatográficas de los polímeros basados en siloxanos. La Figura 3 muestra la química basada en arílenos usada en la fabricación de fases realmente diseñadas para su uso en GCMS. *No son columnas con químicas tradicionales de Siloxanos que hayan sido seleccionadas por cualquier atributo particular como el bajo sangrado.*

¿He de cambiar mi método...

...o el orden de elución de mis compuestos cambiará si substituyo una columna convencional 5% fenilpolisiloxano por otra 5% polisilfenilénsiloxano? En general estas columnas se diseñan para ofrecer una selectividad similar a la de las columnas tradicionales (Ver Tabla de Índices de Retención a 90° C). En algunos casos especiales, donde el amplio espectro de compuestos a analizar incluye productos de polaridad o con grupos funcionales muy diferentes, puede observarse una diferencia en selectividad. Pero las ventajas de una química especialmente diseñada para GCMS, superan ampliamente estos inconvenientes.

ÍNDICES DE RETENCIÓN A 90°C

Compuesto	Columna:	5 “ms”	5	35 “ms”	35	17 “ms”	17
3,5-Dimetilpiridina		980,5	978,9	1124,5	1104,3	1159,3	1160,3
1-Nitrohexano		1088,9	1083,3	1150,0	1164,9	1209,5	1208,3
1,4-Diisopropilbenceno		1168,9	1168,7	1255,1	1257,1	1291,0	1289,3
1-Nonanol		1171,9	1173,0	1247,7	1243,8	1274,4	1273,7
2-Decanona		1190,0	1190,9	1283,0	1276,6	1310,2	1309,2

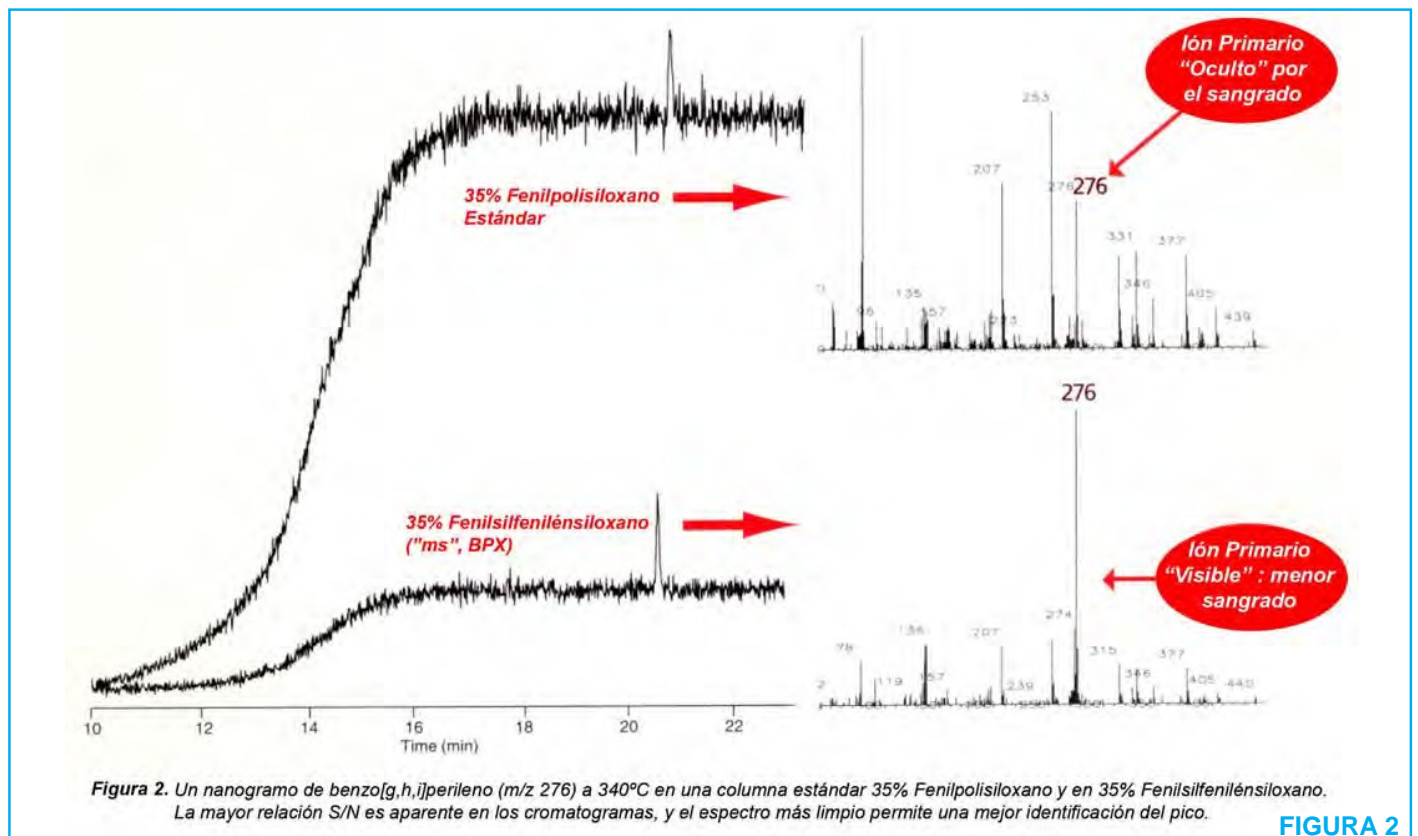


FIGURA 2