

Comparación de caudalímetros volumétricos y térmicos para evaluar y validar el rendimiento de la cromatografía líquida

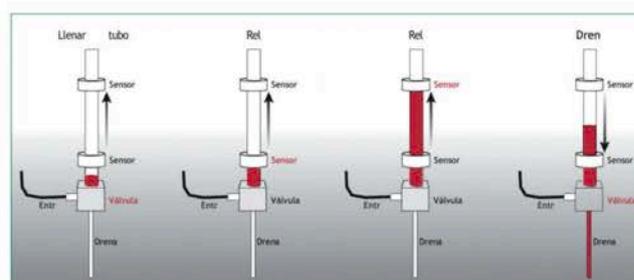
Evaluar y validar el rendimiento de una bomba al servicio de un sistema de HPLC, UHPLC, cromatografía iónica o GPC/SEC es una tarea crucial en muchos laboratorios hoy en día. Para ello, la determinación precisa del caudal es una herramienta poderosa. Mediante el uso de un caudalímetro en tiempo real, se ha demostrado que la monitorización del caudal de los sistemas de cromatografía líquida es una potente herramienta de diagnóstico que permite detectar rápidamente fugas, válvulas de retención defectuosas y juntas desgastadas. Tradicionalmente, para determinar el caudal se mide manualmente el volumen o el peso del disolvente suministrado por la bomba mediante un cronómetro, una balanza o una probeta graduada. La necesidad de un cronometraje muy preciso en combinación con técnicas de medición de volumen o peso hace que ambos métodos sean poco prácticos para su uso en laboratorios modernos con poco tiempo y personal cualificado.

Estas técnicas tradicionales también son propensas al error humano, que puede tener un impacto significativo en los resultados. Por consiguiente, la utilización de caudalímetros automáticos, capaces de medir el caudal en tiempo real sin intervención humana directa, se está convirtiendo cada vez más en la técnica de elección. Una ventaja adicional de esta nueva generación de dispositivos de medición de caudal es la documentación mucho mejor del proceso realizado y de los resultados obtenidos, lo que es especialmente importante en entornos sensibles a la calidad en industrias reguladas.

Caudalímetros volumétricos comerciales

Un caudalímetro volumétrico es la versión automatizada del método clásico de "cronómetro y probeta graduada". Un caudalímetro de este tipo consta de un tubo y dos sensores ópticos de nivel colocados a una distancia conocida entre sí. El

tiempo que tarda el frente de disolvente en pasar de una trampa luminosa a la siguiente es función del caudal y del volumen del tubo, que es constante. Una vez finalizada cada medición, el tubo debe vaciarse automáticamente para poder repetir la medición. Por lo tanto, un caudalímetro volumétrico no es capaz de realizar mediciones continuas.



Esquema de funcionamiento de un caudalímetro volumétrico típico

cromatografía líquida

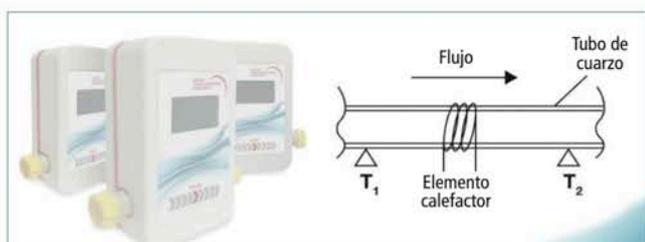
Para fines analíticos, los caudalímetros volumétricos deben colocarse perfectamente verticales y en el extremo de un sistema de cromatografía de líquidos. Como resultado, su uso se limita a la confirmación del rendimiento de la bomba, no es posible realizar diagnósticos reales, ya que cada valor notificado no está relacionado con el anterior.

Además, como el caudal se promedia sobre el volumen de medición, no se pueden determinar pulsaciones o variaciones de caudal con un ciclo de trabajo inferior al tiempo necesario para llenar el tubo volumétrico. Sin embargo, esta técnica ha demostrado ser muy fiable para determinar el caudal de las separaciones acuosas por HPLC. Desgraciadamente, las diferentes tensiones superficiales de otros disolventes no permiten vaciar los tubos volumétricos con la misma eficacia que con el agua.

Los caudalímetros volumétricos se utilizan habitualmente junto con los sistemas HPLC como herramientas de validación. No obstante, debe tenerse en cuenta que, dado que se basan en la medición del tiempo necesario para llenar un volumen constante conocido, la precisión de los resultados disminuye notablemente a caudales más elevados.

Una nueva generación de caudalímetros térmicos

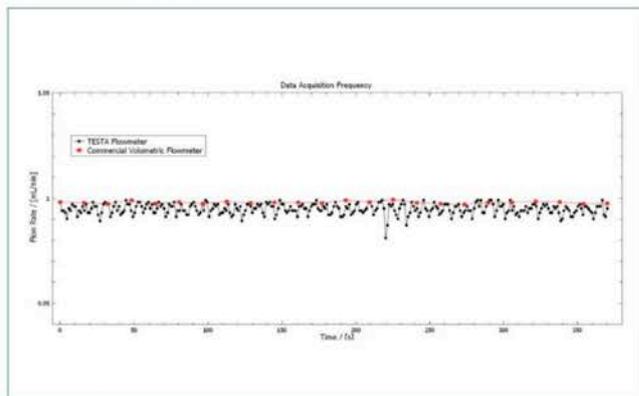
Los caudalímetros térmicos fueron uno de los primeros instrumentos utilizados para la medición del caudal en cromatografía de líquidos. El método que utilizan estos dispositivos se basa en la medición de la diferencia de temperatura entre dos sensores de temperatura, uno situado aguas arriba de un elemento calefactor y el otro situado aguas abajo del mismo.



Esquema del caudalímetro térmico TESTA

Para aplicaciones con un caudal de unos pocos microlitros por minuto hasta varios mililitros por minuto, los caudalímetros térmicos suelen emplear un tubo de medición de caudal de cuarzo. Presentada en 2021, la nueva generación de caudalímetros térmicos de TESTA Analytical ha demostrado que funciona prácticamente con cualquier disolvente. Gracias a su avanzado diseño y a su moderna microelectrónica, todos los componentes necesarios para la medición del caudal con estos dispositivos se encuen-

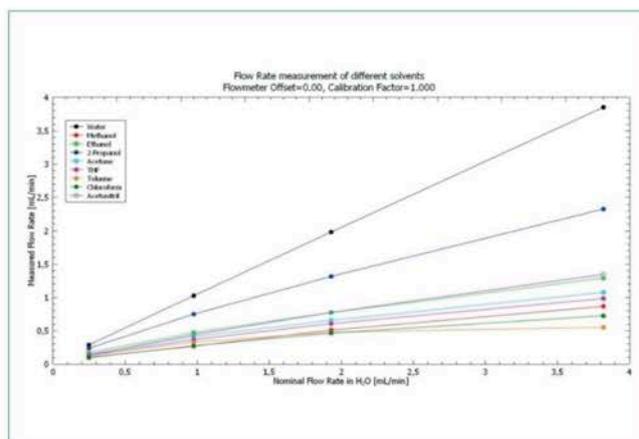
tran en la pared exterior del tubo de cuarzo y no tienen contacto con el líquido. Por lo tanto, la medición con estos dispositivos es totalmente no invasiva. Estos caudalímetros vienen con cinco factores de calibración de disolventes: agua, metanol, THF, acetonitrilo-agua 40:60 y etanol-agua 10:90. Se ha comprobado la compatibilidad con otros disolventes comunes y los caudalímetros pueden calibrarse en consecuencia si así se solicita.



Caudal de diferentes disolventes medido con el caudalímetro TESTA

Al no ser invasivo, el caudalímetro térmico garantiza el funcionamiento ininterrumpido de todo el sistema de cromatografía de líquidos. La medición con caudalímetros térmicos es continua, lo que permite utilizar estos dispositivos para supervisar en tiempo real el rendimiento de la bomba.

A diferencia de los caudalímetros volumétricos, que solo ofrecen una frecuencia de adquisición de datos fija para un caudal determinado, la frecuencia de adquisición de datos mediante un caudalímetro térmico es independiente del caudal y puede seleccionarse permitiendo una alta resolución de hasta 12 puntos de datos por segundo.



Comparación de la frecuencia de adquisición de datos entre caudalímetros volumétricos y caudalímetros térmicos TESTA

cromatografía líquida

La adquisición de datos más rápida y de mayor resolución que ofrece el caudalímetro térmico analítico TESTA no solo puede mejorar la calidad de los datos, sino que también puede suponer un ahorro considerable de valioso tiempo de trabajo, en particular a caudales bajos, en los que los caudalímetros volumétricos tardan en generar un único punto de datos.

Además, con esta nueva generación de caudalímetros térmicos digitales, es posible interconectarlos directamente con el sistema de datos cromatográficos, lo que permite almacenar los datos de caudal junto con cada cromatograma de su sistema de cromatografía líquida. Este avance tecnológico abre un capítulo completamente nuevo al concepto de garantía de calidad total, ya que ahora cada cromatograma puede evaluarse a la luz del caudal suministrado por la bomba durante ese único cromatograma.

Conclusión

Históricamente, los caudalímetros volumétricos han sido la técnica elegida cuando era necesario validar o cualificar el

rendimiento de una bomba de cromatografía líquida para una aplicación concreta. Su rendimiento en separaciones acuosas a temperatura ambiente los ha convertido en un método probado y fiable. Sin embargo, los avances tecnológicos en el diseño de caudalímetros térmicos no invasivos en tiempo real permiten ahora no solo igualar el rendimiento de cualquier caudalímetro volumétrico, sino también ofrecer una serie de nuevas e interesantes ventajas al usuario. Estas nuevas capacidades incluyen una amplia compatibilidad con disolventes, una mayor flexibilidad y, probablemente lo más importante de todo, una reducción del tiempo necesario para la tarea de validación o cualificación. De diseño compacto y ligero, estos caudalímetros térmicos se alimentan y transmiten los datos de caudal medidos en tiempo real a través de una interfaz USB integrada. Una aplicación para PC permite registrar y almacenar continuamente los caudales medidos.

www.testa-analytical.com