

TRANSFERT DE MÉTHODE HJ679-2013 SUR INTUVO



Transfert d'une méthode pour colonne de 530 μm de diamètre interne (d.i.) vers des méthodes pour colonne de 250 μm ou de 320 μm de d.i. pour le GC Agilent Intuvo 9000



Introduction

La méthode HJ 679-2013 décrit l'analyse de l'acroléine, de l'acrylonitrile et de l'acétonitrile dans le sol et les sédiments par chromatographie en phase gazeuse avec espace de tête. La méthode spécifie l'utilisation d'une colonne de 30 m \times 530 μm dotée d'une phase de polyéthylène glycol. Dans le passé, cette méthode était utilisée avec des chromatographes en phase gazeuse conventionnels qui comportaient des connexions classiques avec écrous et ferrules. Pour l'appliquer à la technologie du GC Agilent Intuvo 9000, comme le chauffage direct et les connexions « click & run », la méthode a été transférée sur une colonne de 250 μm . La conservation du même rapport de phase entre la méthode initiale et la méthode transférée a permis d'obtenir des chromatogrammes, des temps de rétention et un ordre d'éluion similaires.

Données expérimentales

La méthode HJ-679 d'origine spécifie l'utilisation d'une colonne de 30 m avec un diamètre interne de 530 μm . Une colonne Agilent DB-Wax UI (réf. 125-7032UI) a été utilisée pour l'évaluation initiale sur un GC Agilent 7890 équipé d'un FID et d'un échantillonneur headspace Agilent 7697 [1]. Une colonne DB-Wax UI contenant une phase de 250 μm et une épaisseur de film de 0,50 μm (réf. 122-7033UI-INT) a donné le même rapport de phase et a été utilisée initialement avec un GC Intuvo 9000 pour vérifier la méthode transférée (tableaux 1 et 2). La calculatrice du convertisseur de méthodes a permis de déterminer le débit de la colonne pour la méthode transférée (figure 1).

En profitant des vitesses de chauffage élevées que le système Intuvo peut atteindre, une troisième méthode a été développée avec une colonne à film plus mince (figure 2) grâce au convertisseur de méthodes.

Pour plus d'informations, rendez-vous sur :

www.agilent.com



Agilent Technologies

Tableau 1 : Conditions de la méthode de GC.

Paramètre	Valeur pour Agilent 7890	Valeur pour Agilent Intuvo 9000	Valeur de la méthode rapide pour Agilent Intuvo 9000
Injecteur	150 °C, avec division 5:1		
Colonne	Agilent DB Wax UI, 30 m × 530 µm, 1,0 µm	Agilent DB Wax UI, 30 m × 250 µm, 0,50 µm	Agilent DB Wax UI, 30 m × 320 µm, 0,25 µm
Débit de la colonne	4,5 mL/min	1,54 mL/min	3,5 mL/min
Four	40 °C (5 minutes), puis 5 °C/min jusqu'à 60 °C et 30 °C/min jusqu'à 150 °C (5 minutes)	40 °C (5 minutes), puis 5 °C/min jusqu'à 60 °C et 30 °C/min jusqu'à 150 °C (5 minutes)	40 °C (1,34 minute), puis 18,6 °C/min jusqu'à 60 °C et 112 °C/min jusqu'à 150 °C (1,34 minute)
FID	250 °C		
Jumper Chip	150 °C		
Température du bus	ACTIVÉE (valeur par défaut)		

Tableau 2. Conditions de l'instrument pour l'échantillonneur headspace Agilent 7697. Ces conditions ont été appliquées à chaque permutation d'instrument ou de méthode.

Paramètre	Valeur
Four	75 °C
Boucle	105 °C
Ligne de transfert	150 °C
Stabilisation des flacons	30 minutes
Durée d'injection	0,1 minute
Flacon	20 mL
Agitation	Activée, niveau 1
Débit de remplissage des flacons	50 mL/min
Pression de remplissage des flacons	8 psi
Temps de stabilisation de la pression des flacons	2 minutes
Montée en pression du remplissage de la boucle	20 psi/min
Pression finale de la boucle	1,2 psi
Stabilisation de la boucle	0,2 minute

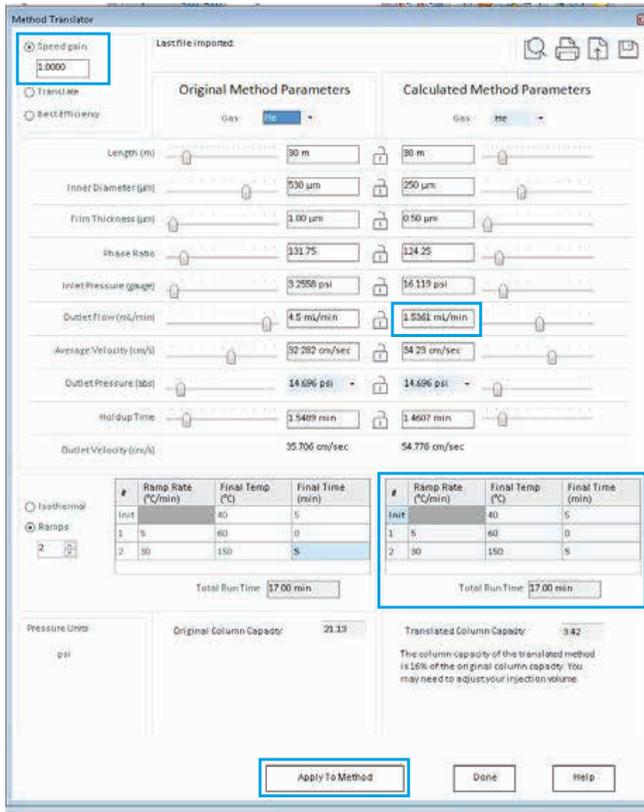


Figure 1 : le convertisseur de méthodes, l'une des calculatrices de GC à disposition, permet d'appliquer une méthode Agilent 7890 conçue avec une colonne de 530 µm de d.i. sur un GC Agilent Intuvo 9000 comportant une colonne de 250 µm de d.i.

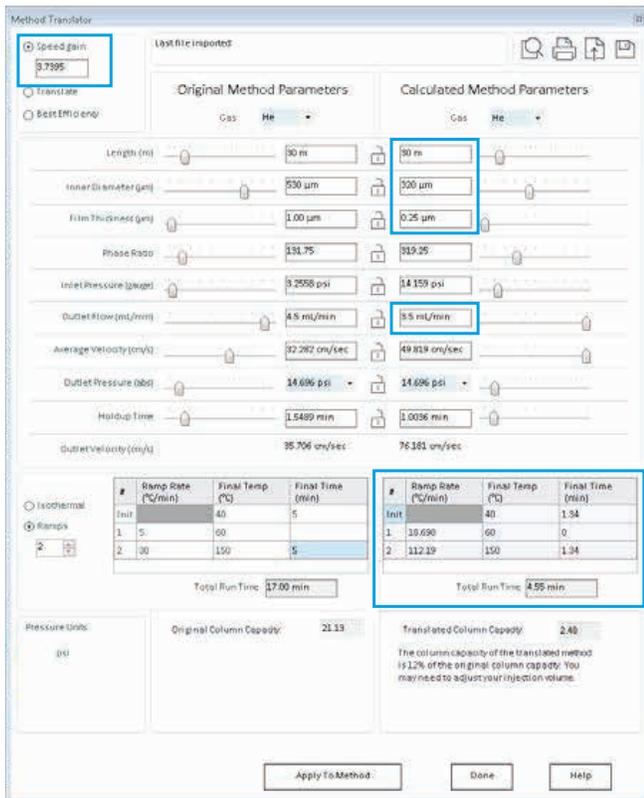


Figure 2 : une méthode transférée avec une épaisseur de film plus mince se traduit par un gain de rapidité d'un facteur 3,7.

Résultats et discussion

La calculatrice du convertisseur de méthodes simplifie le transfert de méthodes. Les paramètres de la colonne et de la méthode d'origine ont été saisis dans la colonne de gauche : **Original Method Parameters** (Paramètres de la méthode d'origine). Comme les colonnes Intuvo disposent d'une touche intelligente qui permet de préconfigurer l'instrument et la méthode avec les informations de colonne adéquates, les paramètres de la colonne dans la colonne de droite **Calculated Method Parameters** (Paramètres de la méthode calculée) ont été préremplis. Un nouveau débit et une nouvelle programmation du four ont été établis en fonction des paramètres de colonne d'origine et des nouveaux paramètres de colonne. En choisissant des colonnes de rapports de phase similaires et en sélectionnant **Speed gain 1** (Gain de vitesse 1), un nouveau débit a été déterminé pour la méthode calculée, sans toutefois modifier la programmation du four. Grâce au bouton **Apply to Method** (Appliquer à la méthode), les nouveaux paramètres de méthode ont été ajoutés à la méthode actuelle.

La figure 3 présente le chromatogramme d'origine obtenu avec le GC Agilent 7890. Le chromatogramme de la figure 4 a été obtenu en appliquant les paramètres de la méthode transférée de la figure 1 vers le GC Intuvo 9000. La résolution entre les trois composés a été maintenue avec la même programmation de four que la méthode du 7890 d'origine. Les temps de rétention de l'acroléine, de l'acrylonitrile et de l'acétonitrile étaient respectivement de 4,1 minutes, 8,4 minutes et 8,8 minutes avec la méthode transférée. Le décalage des temps de rétention observé était prévu, car le rapport de phase de l'épaisseur du film de la colonne était similaire, sans être identique, pour les systèmes 7890 et Intuvo. La résolution entre les pics a toutefois été maintenue. Pour le système 7890, la résolution entre l'acroléine et l'acrylonitrile était de 58 et de 5,3 entre l'acrylonitrile et l'acétonitrile. La résolution entre l'acroléine et l'acrylonitrile a également été calculée pour le chromatogramme d'Intuvo et était de 56 ; la résolution entre l'acrylonitrile et l'acétonitrile était de 5,8. Le calage des temps de rétention peut être utilisé pour mieux faire correspondre les temps de rétention entre les deux systèmes de GC.

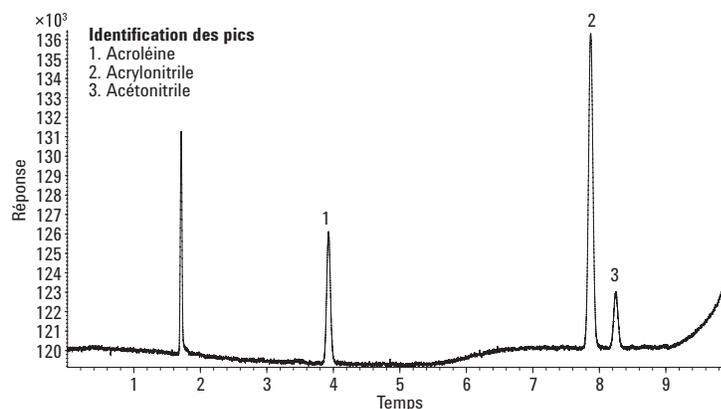


Figure 3 : le chromatogramme d'origine, obtenu sur un GC Agilent 7890 avec une colonne de 530 μm de d.i., illustre la séparation de l'acroléine (1), de l'acrylonitrile (2) et de l'acétonitrile (3) respectivement à 3,9 minutes, 7,9 minutes et 8,3 minutes.

Puisqu'une colonne différente a été nécessaire pour transférer la méthode d'origine HJ679-2013 vers le système Intuvo, une nouvelle méthode a été développée pour tirer parti des fonctionnalités supplémentaires d'Intuvo, comme le chauffage direct, qui permet la programmation de rampes de température pouvant atteindre 250 °C/min. Une phase de colonne plus mince a permis de réduire le temps d'analyse et d'accroître la cadence. Un nouveau débit et une nouvelle programmation du four ont été obtenus, puis appliqués à la méthode d'Intuvo, à partir des dimensions de colonne indiquées dans le convertisseur de méthodes de la figure 2. La figure 5 représente la séparation des mêmes trois analytes en moins de 3 minutes. L'ordre d'élution est resté inchangé du fait de l'utilisation d'une phase de colonne identique. Le rapport de phase a été modifié, entraînant une perte de résolution (espacement des pics), mais les exigences de résolution à ligne de base d'au moins 2,5 ont été satisfaites.

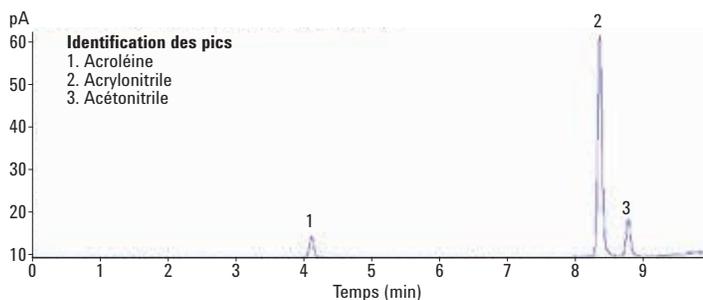


Figure 4 : Le chromatogramme du GC Agilent Intuvo 9000 avec la méthode transférée, à l'aide d'une colonne de 250 µm de d.i., présente un ordre d'élution, une résolution et des temps de rétention similaires à la méthode d'origine.

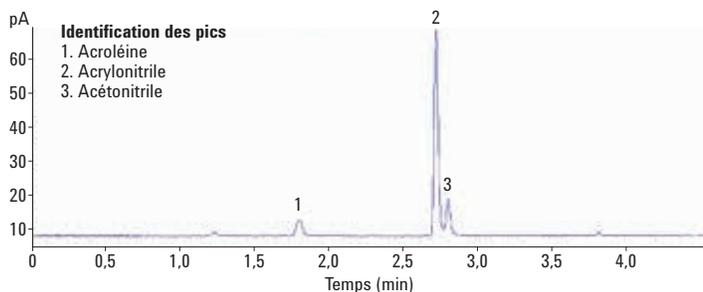


Figure 5 : une méthode transférée, tirant parti des grandes vitesses de chauffage que le GC Agilent Intuvo 9000 peut offrir, montre l'acroléine (1), l'acrylonitrile (2) et l'acétonitrile (3) respectivement à 1,796 minute, 2,718 minutes et 2,798 minutes.

Conclusions

Les outils des logiciels de chromatographie d'Agilent permettent de transférer facilement des méthodes d'une plate-forme de GC à une autre. Dans le cas de la méthode HJ 679-2013, la colonne utilisée sur le GC Agilent 7890 n'était pas disponible pour le GC Agilent Intuvo 9000. Une colonne de rapport de phase similaire a donc été choisie. La calculatrice du convertisseur de méthodes a également servi à déterminer un débit de colonne permettant d'obtenir une séparation chromatographique similaire avec la même programmation du four que la méthode d'origine. L'ordre d'élution et la résolution ont été conservés. La calculatrice du convertisseur de méthodes a également permis de déterminer un nouveau débit de colonne et une nouvelle programmation de four afin d'optimiser la rapidité de la méthode. L'ordre d'élution n'a pas changé puisque la même phase de colonne (DB-Wax UI) a été utilisée dans les trois cas de figure. Cependant, la modification de l'épaisseur de film a entraîné une baisse de la résolution de la troisième méthode, qui était plus rapide. Les deux méthodes ont donné d'excellents résultats chromatographiques et ont montré la facilité avec laquelle les méthodes analytiques de diverses plates-formes de chromatographie en phase gazeuse peuvent être appliquées et optimisées pour le GC Intuvo 9000.

Référence

1. Acrolein, Acrylonitrile, and Acetonitrile by HS-GC, *Agilent Technologies*, publication n°5991-8096EN (2017).

www.agilent.com
Les informations, les descriptions
et les spécifications de cette publication
peuvent être modifiées sans préavis.

© Agilent Technologies, Inc. 2017
Publié aux États-Unis, le 16 août 2017
5991-8331FR



Agilent Technologies