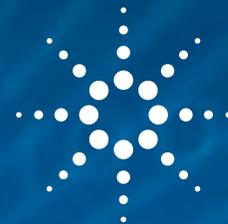


TRADUZIONE DEL METODO HJ679-2013 PER INTUVO



Traduzione di un metodo per colonne con d.i. di 530 μm in metodi per colonne da 250 μm o da 320 μm per il sistema GC Agilent Intuvo 9000



Introduzione

Il metodo HJ 679-2013 descrive la determinazione di acroleina, acrilonitrile e acetonitrile a partire da suolo e sedimenti mediante gascromatografia con spazio di testa. Il metodo prescrive una colonna da 30 m \times 530 μm con una fase di polietilenglicole. Storicamente questo metodo veniva utilizzato con gascromatografi di tipo convenzionale con connessioni tradizionali di tipo a dado e ferrula. Per poterlo applicare con il tipo di tecnologia incorporata nel sistema GC Agilent Intuvo 9000, come per esempio il riscaldamento diretto e le connessione click-and-run, il metodo è stato tradotto in modo da utilizzare una colonna da 250 μm . Mantenendo nel metodo tradotto lo stesso rapporto di fase del metodo iniziale, si sono ottenuti cromatogrammi, tempi di ritenzione e ordine di eluizione simili.

Condizioni sperimentali

Il metodo HJ-679 originale prescrive una colonna da 30 m con un diametro interno di 530 μm . Per la valutazione iniziale si è utilizzata una colonna Agilent DB-Wax UI (codice 125-7032UI) montata su un sistema GC Agilent 7890 equipaggiato con rivelatore a ionizzazione di fiamma (FID) e campioni per spazio di testa Agilent 7697 [1]. Una colonna DB-Wax UI con fase di 250 μm e spessore del film di 0,50 μm (codice 122-7033UI-INT) con lo stesso rapporto di fase è stata inizialmente utilizzata con un sistema GC Intuvo 9000 per dimostrare la validità del metodo tradotto (Tabelle 1 e 2). Per determinare il flusso della colonna per il metodo tradotto si è utilizzata la funzione Method Translator (traduttore di metodo) (Figura 1).

Sfruttando le elevate velocità di riscaldamento che il sistema Intuvo è in grado di raggiungere, si è utilizzato Method Translator per sviluppare un terzo metodo con un film della colonna di minore spessore (Figura 2).

Per maggiori informazioni visita il sito:

www.agilent.com



Agilent Technologies

Tabella 1. Condizioni del metodo GC.

Parametro	Valore per Agilent 7890	Valore per Agilent Intuvo 9000	Valore per Agilent Intuvo 9000 veloce
Iniettore	150 °C Split 5:1		
Colonna	Agilent DB WaxUI, 30 m × 530 µm, 1,0 µm	Agilent DB WaxUI, 30 m × 250 µm, 0,50 µm	Agilent DB Wax UI, 30 m × 320 µm, 0,25 µm
Flusso della colonna	4,5 mL/min	1,54 mL/min	3,5 mL/min
Forno	40 °C (5 minuti) poi 5 °C/min fino a 60 °C, poi 30 °C/min fino a 150 °C (5 minuti)	40 °C (5 minuti) poi 5 °C/min fino a 60 °C, poi 30 °C/min fino a 150 °C (5 minuti)	40 °C (1,34 minuti) poi 18,6 °C/min fino a 60 °C, poi 112 °C/min fino a 150 °C (1,34 minuti)
FID	250 °C		
Jumper chip	150 °C		
Temperatura bus	Attiva (predefinito)		

Tabella 2. Condizioni per l'iniettore per spazio di testa Agilent 7697. Tali condizioni sono state utilizzate per ogni combinazione di strumento/metodo.

Parametro	Valore
Forno	75 °C
Loop	105 °C
Transfer line	150 °C
Equilibratura del vial	30 minuti
Durata dell'iniezione	0,1 minuti
Vial	20 mL
Agitazione	Attiva, livello 1
Flusso di riempimento del vial	50 mL/min
Pressione di riempimento del vial	8 psi
Tempo di equilibratura della pressione del vial	2 minuti
Velocità della rampa per il riempimento del loop	20 psi/min
Pressione finale del loop	1,2 psi
Equilibratura del loop	0,2 minuti

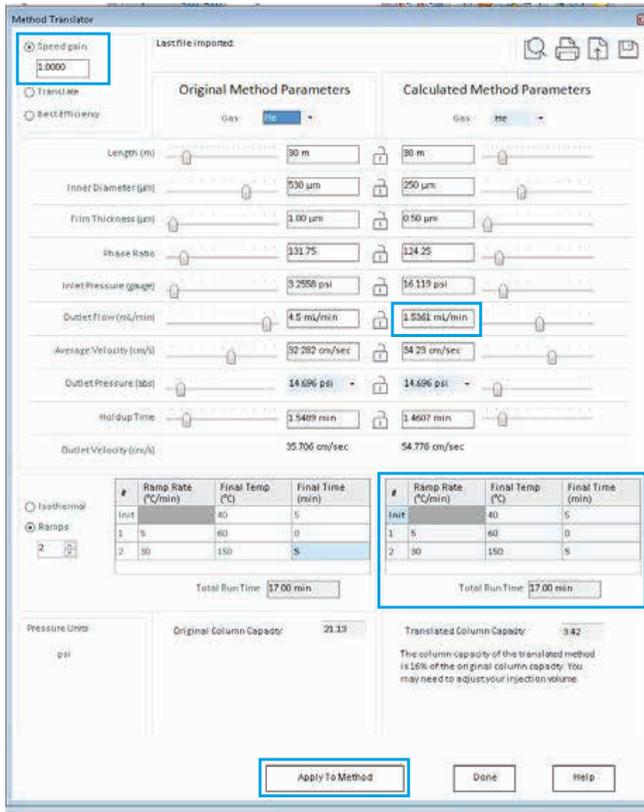


Figura 1. La funzione Method Translator, uno dei calcolatori GC disponibili, consente di utilizzare un metodo del sistema Agilent 7890 configurato per una colonna con d.i. di 530 µm con un sistema Agilent Intuvo 9000 configurato con una colonna con d.i. di 250 µm.

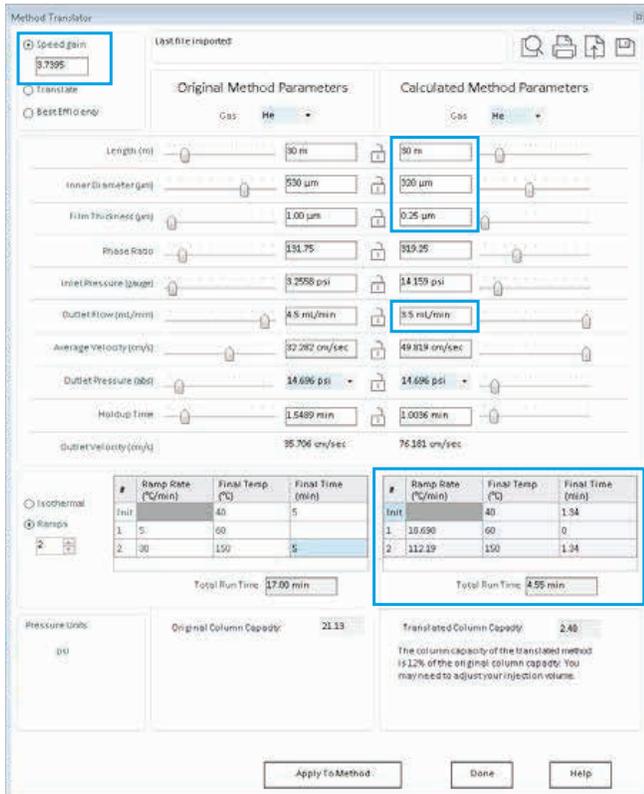


Figura 2. Un metodo tradotto caratterizzato da un minore spessore del film offre una maggiore velocità, con un guadagno di velocità pari a 3,7.

Risultati e discussione

Il Method Translator semplifica notevolmente la traduzione dei metodi. La colonna e i parametri del metodo originali sono stati inseriti nella parte sinistra della finestra: **Original Method Parameters** (parametri del metodo originale). Poiché le colonne Intuvo dispongono di una chiave SmartID che preconfigura lo strumento e il metodo con le corrette informazioni per la colonna, i campi dei parametri della colonna nella parte destra della finestra: **Calculated Method Parameter** (parametri del metodo calcolato) sono stati precompilati. Un nuovo flusso e un nuovo programma per il forno sono stati calcolati sulla base dei parametri della colonna originale e dei parametri della nuova colonna. Selezionando colonne con rapporto di fase simile e l'opzione **Speed gain 1** (guadagno di velocità 1), si è determinato un nuovo flusso per il metodo calcolato, mentre il programma del forno è rimasto invariato. Mediante il tasto **Apply to Method** (applica al metodo), i nuovi parametri del metodo sono stati aggiunti al metodo attuale.

La Figura 3 mostra il cromatogramma originale ottenuto sul sistema GC Agilent 7890. Il cromatogramma della Figura 4 è stato ottenuto applicando i parametri del metodo tradotto della Figura 1 al sistema GC Intuvo 9000. La risoluzione dei tre composti è stata mantenuta con lo stesso programma del forno del metodo originale del sistema 7890. I tempi di ritenzione ottenuti per acroleina, acrilonitrile e acetonitrile con il metodo tradotto sono stati rispettivamente di 4,1 minuti, 8,4 minuti e 8,8 minuti. Poiché il rapporto di fase dello spessore del film della colonna per il sistema Intuvo era simile ma non identico a quello per il sistema 7890, lo spostamento del tempo di ritenzione osservato era atteso. La risoluzione tra i picchi è stata tuttavia mantenuta. Per il sistema 7890, la risoluzione calcolata tra acroleina e acrilonitrile era 5,8, mentre la risoluzione calcolata tra acrilonitrile e acetonitrile era 5,3. Per il cromatogramma ottenuto con il sistema Intuvo, la risoluzione calcolata tra acroleina e acrilonitrile era 56, mentre la risoluzione calcolata tra acrilonitrile e acetonitrile era 5,8. Il blocco del tempo di ritenzione può essere utilizzato per ottenere una corrispondenza ancora migliore tra i tempi di ritenzione dei due sistemi GC.

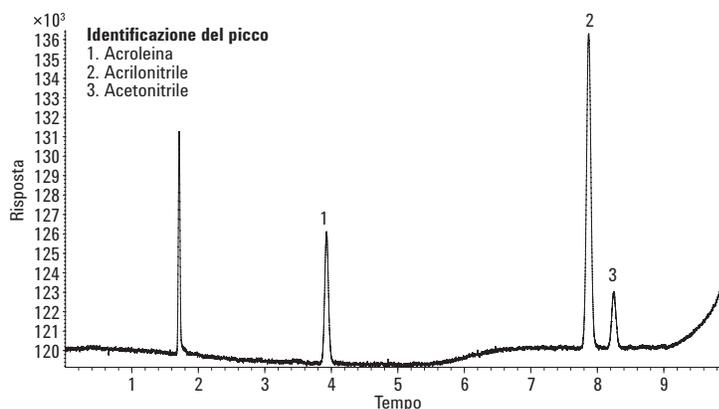


Figura 3. Il cromatogramma originale, ottenuto mediante un sistema GC Agilent 7890 con una colonna con d.i. di 530 µm mostra la separazione di acroleina (1), acrilonitrile (2) e acetonitrile (3) rispettivamente a 3,9 minuti, 7,9 minuti e 8,3 minuti.

Poiché la traduzione del metodo originale HJ679-2013 per il sistema Intuvo ha richiesto una colonna differente, è stato sviluppato un nuovo metodo in grado di sfruttare le caratteristiche aggiuntive dei sistemi Intuvo, come la funzione di riscaldamento diretto che consente la programmazione della temperatura con tassi fino a 250 °C/min. Grazie all'utilizzo di una fase della colonna più sottile, è stato possibile ridurre il tempo di analisi e incrementare la produttività. Utilizzando le dimensioni della colonna riportate nel Method Translator della Figura 2, un nuovo flusso e un nuovo tasso per la programmazione del forno sono stati ottenuti e applicati al metodo per il sistema Intuvo. Nella Figura 5, gli stessi tre analiti sono stati separati in meno di 3 minuti. L'ordine di eluizione è rimasto lo stesso in quanto è stata utilizzata la stessa fase della colonna. Il rapporto di fase è stato modificato, con conseguente peggioramento della risoluzione (spaziatura tra i picchi), che rimane tuttavia al di sopra dei requisiti per la risoluzione alla linea di base (2,5 o superiore).

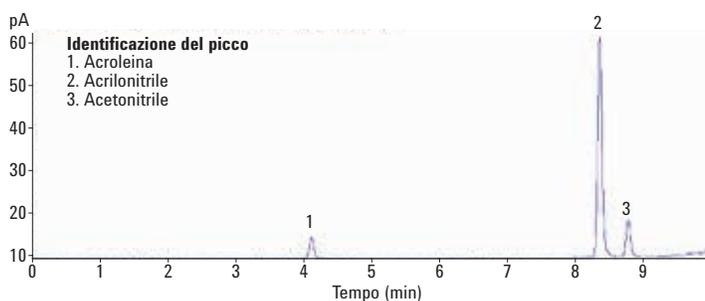


Figura 4. Il cromatogramma ottenuto mediante il sistema GC Agilent Intuvo 9000 con il metodo tradotto con una colonna con d.i. di 250 µm, che presenta lo stesso ordine di eluizione, la stessa risoluzione e tempi di ritenzione simili rispetto al metodo originale.

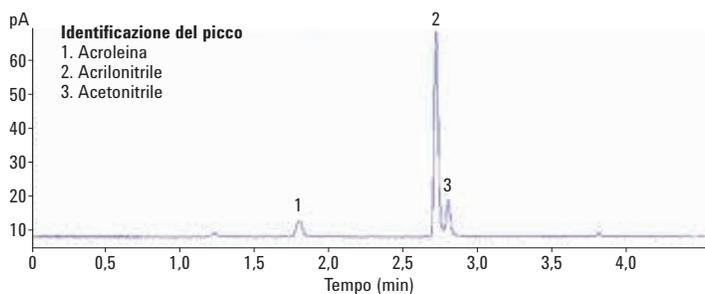


Figura 5. Un metodo tradotto che sfrutta le elevate velocità di riscaldamento raggiungibili con il sistema GC Agilent Intuvo 9000 GC mostra acroleina (1), acrilonitrile (2) e acetonitrile (3) rispettivamente a 1,796 minuti, 2,718 minuti e 2,798 minuti.

Conclusioni

Gli strumenti disponibili nel software di cromatografia Agilent offrono un modo semplice per trasferire i metodi da una piattaforma GC ad un'altra. Nel caso del metodo HJ 679-2013, la colonna utilizzata sul sistema GC Agilent 7890 non era disponibile per il sistema GC Agilent Intuvo 9000, quindi è stata scelta una colonna con rapporto di fase simile. Il Method Translator è stato utilizzato per determinare il flusso necessario per ottenere una cromatografia simile con lo stesso programma per il forno utilizzato nel metodo originale. L'ordine di eluizione e la risoluzione sono stati mantenuti. Il Method Translator è stato inoltre utilizzato per determinare il nuovo flusso nella colonna e il nuovo programma per il forno per un metodo che ottimizza la velocità. Poiché nei tre casi si è utilizzata la stessa fase della colonna (DB-Wax UI), l'ordine di eluizione è rimasto invariato. Poiché tuttavia lo spessore del film è stato modificato, la risoluzione è peggiorata nel terzo metodo, quello veloce. Entrambi i metodi ottenuti hanno dato eccellenti risultati cromatografici, dimostrando la facilità con cui i metodi analitici di varie piattaforme per gascromatografia possono essere utilizzati e ottimizzati per il sistema GC Intuvo 9000.

Bibliografia

1. Acroleina, acrilonitrile e acetonitrile da HS-GC, *Agilent Technologies*, numero di pubblicazione 5991-8096ITE (2017).

www.agilent.com
Le informazioni, le descrizioni e le specifiche
fornite possono variare senza preavviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2017
Pubblicato negli Stati Uniti, 16 agosto 2017
5991-8331ITE



Agilent Technologies