

Vereinfachter Methodentransfer zum Intuvo-System

Einführung

Das Agilent Intuvo 9000 GC-System bietet bahnbrechende Technologien, die den Betrieb deutlich vereinfachen und die Effizienz und Produktivität des Labors steigern. Dabei bleiben bewährte, etablierte Technologien und Designs von Einlässen, Fused-Silica-Säulen und Detektoren erhalten, sodass herkömmliche analytische Methoden einfach und fast unverändert auf das Intuvo übertragen werden können. Die Chromatogramme des Intuvo sehen im Vergleich zu herkömmlichen Systemen im Großen und Ganzen gleich aus. Da bei Intuvo die gleiche Trennsäule benutzt wird, ändern sich die Elutionsreihenfolge und die Auflösung im Vergleich zu herkömmlichen GC-Systemen nicht.

Allerdings es ist nicht vermeidbar, dass die Flusswege in unterschiedlichen GC-Systemen geringfügig anders sind. Bei der Übertragung jeglicher Methoden zwischen Systemen kommen daher u. U. leichte Variationen der Retentionszeiten vor. Bei einem Methodentransfer ist es ganz unabhängig von den jeweiligen GC-Systemen immer gute analytische Praxis, die Retentionszeiten zu prüfen und je nach Bedarf geringfügige Anpassungen vorzunehmen. Der Agilent Retention Time Locking-Assistent ist ein praktisches und leistungsfähiges Tool für die Automatisierung dieses Prozesses.

In dieser technischen Übersicht werden die Punkte zusammengefasst, die bei einem Methodentransfer zwischen GC-Systemen zu beachten sind. Im Blickpunkt dieser Studie steht dabei der Transfer von herkömmlichen Methoden auf das Intuvo-System. Die vorgestellten Konzepte sind jedoch auf den Methodentransfer zwischen beliebigen GC-Systemen übertragbar und allgemein hilfreich. In der begleitenden Application Note werden sechs Beispiele für eine Übertragung von herkömmlichen Methoden auf das Intuvo beschrieben (weitere Hinweise siehe ¹⁾).

Methodentransfer – die Grundlagen

Herkömmliche Methoden können in der Regel nahtlos von Luftbad-Ofensystemen auf Intuvo GC-Systeme übertragen werden. Bei jedem Methodentransfer zwischen Systemen ist es wichtig, dass die Systeme identisch konfiguriert sind. Umfasst die Konfiguration des Ausgangssystems beispielsweise einen Split/Splitless-Injektor und einen FID-Detektor, dann sollte das Intuvo-System genauso konfiguriert sein.

Bei Diskussionen über Methodentransfers ist die Identifikation der verschiedenen Komponenten des Intuvo-Systems hilfreich. In Abbildung 1 sind diese Komponenten dargestellt.

Überlegungen zur Retentionszeit

Normalerweise ist die Länge verschiedener Säulen nicht absolut gleich. Wurde die herkömmliche Säule z. B. beschnitten, dann ist sie wahrscheinlich kürzer als die Intuvo-Säule. Dies könnte die Retentionszeiten leicht verschieben. Es ist gute Praxis, die Retentionszeiten stets zu prüfen und bei Bedarf Anpassungen vorzunehmen.

Intuvo besitzt ein integriertes Retention-Gap. Bei einem Methodentransfer von einem herkömmlichen System mit einem ähnlichen Retention-Gap (ungefähr 0,75 m Weglänge) sollten die Retentionszeiten sehr ähnlich sein. Hat das herkömmliche Ausgangssystem kein Retention-Gap, dann ist die Länge des Flusswegs im Vergleich zu Intuvo wahrscheinlich unterschiedlich. Ein solcher Unterschied könnte bei einem Methodentransfer zum Intuvo leichte Verschiebungen zur Folge haben, insbesondere bei früh eluierenden Verbindungen. Dies entspricht den Erwartungen und ist eine Folge des geringfügig längeren Wegs des Retention-Gaps.

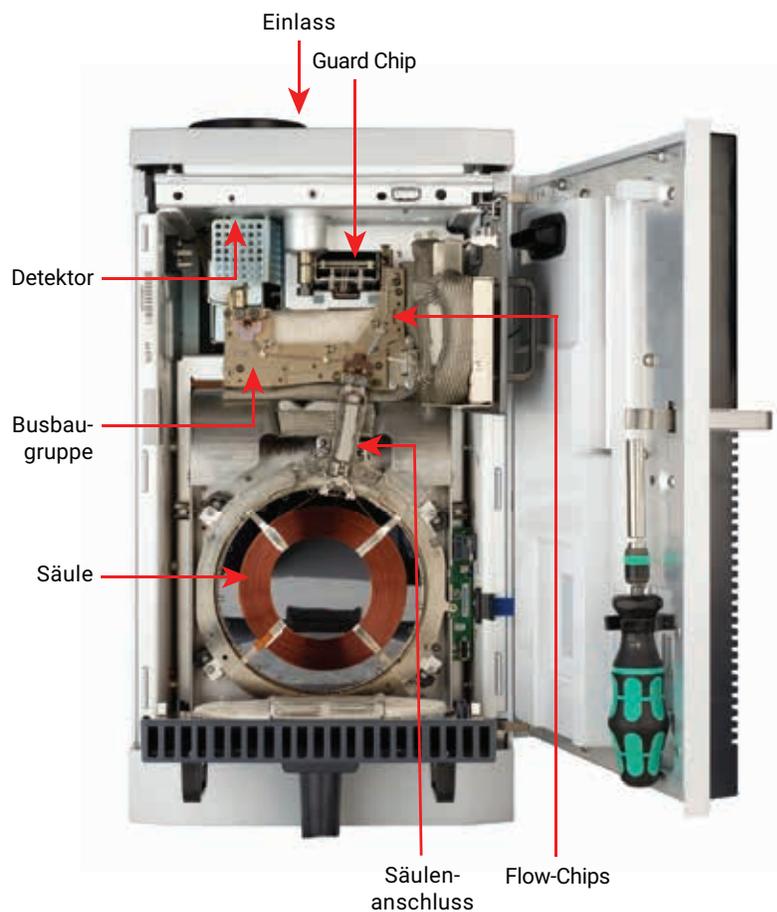


Abbildung 1: Grundkomponenten des Flusswegs im Agilent Intuvo 9000 GC

Tabelle 1: Bei den meisten Methodentransfers müssen die Temperatureinstellungen vom Anwender nicht geändert werden: Entweder werden die Temperatureinstellungen von der herkömmlichen Methode übernommen oder vom Agilent Intuvo 9000 GC automatisch gewählt.

Komponente	Funktion	Temperatureinstellung
Einlass	Mit der herkömmlichen Methode äquivalente Einstellung	Gleiche Einstellung wie bei herkömmlicher Methode
Guard Chip	Retention-Gap	Standard = verfolgt die Ofentemperatur automatisch Optional = benutzerdefiniert
Busbaugruppe	Ofenfunktion	Standard = wird entsprechend der Ofentemperatur automatisch eingestellt Optional = benutzerdefiniert
Säulenanschluss		Wird auf Grundlage der Ofentemperatur automatisch eingestellt
Säule	Mit der herkömmlichen Methode äquivalente Einstellung	Gleiche Einstellung wie bei herkömmlicher Methode
Detektor		

Diese Konzepte gelten auch bei Methodentransfers zwischen Systemen unterschiedlicher Anbieter bzw. von Altsystemen und treten keineswegs beim Intuvo zum ersten Mal auf.

In den Abbildungen 2 und 3 werden beispielsweise die Chromatogramme und relativen Retentionszeiten von über 60 Verbindungen dargestellt. Zur Messung mit einem Agilent 7890B und einem Intuvo 9000 GC-System diente die gleiche US-amerikanische EPA-Methode 8270D. Die ursprüngliche Methode des 7890B wurde auf das Intuvo-System übertragen und es wurden

Säulen mit identischen Spezifikationen benutzt. Die Abbildungen zeigen, dass die Retentionszeiten im Großen und Ganzen gleich sind. Bei einigen wenigen früh eluierenden Verbindungen ist jedoch eine leichte Verschiebung der Retentionszeiten zu beobachten, da das 7890B System nicht mit einem Retention-Gap ausgestattet war.

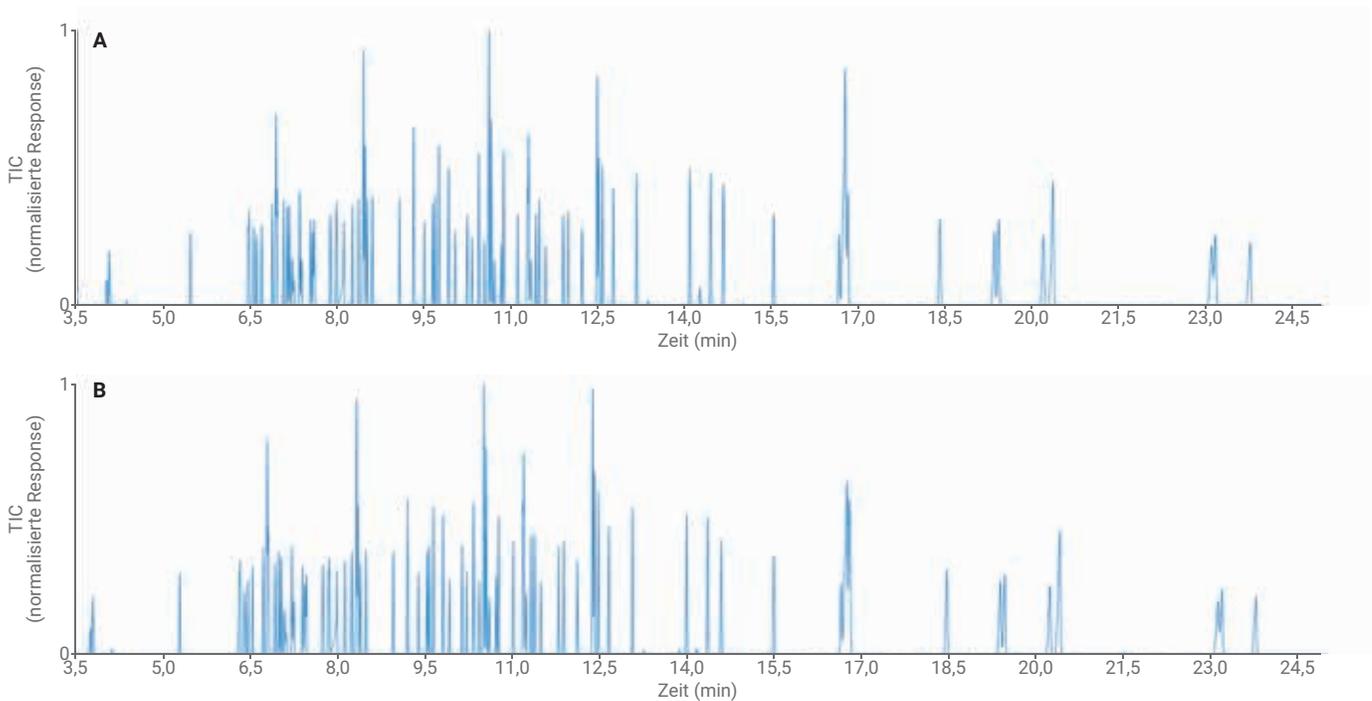


Abbildung 2: Bei gleichen Methodenparametern ist die Leistung des Agilent Intuvo 9000 GC-Systems (A) fast identisch mit der Leistung des Agilent 7890 GC-Systems (B).

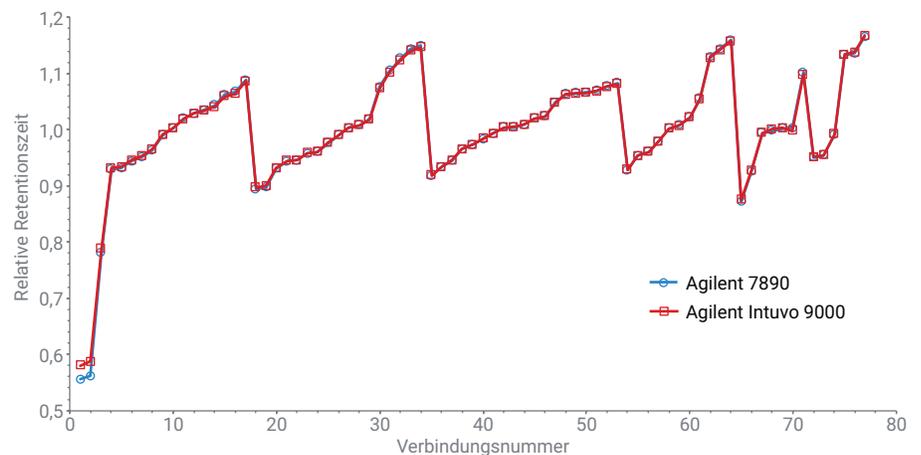


Abbildung 3: Die relativen Retentionszeiten des Agilent Intuvo 7890 GC-Systems und des Agilent 9000 GC-Systems sind praktisch gleich.

Einstellungen des Intuvo Guard Chips

Guard Chips für Intuvo sind in zwei Ausführungen erhältlich: als standardmäßiger Guard Chip (ungefähr 0,75 m lang) und als Jumper Chip (ungefähr 0,6 m lang). Wählen Sie den Guard Chip, wenn Sie die Säule vor einer Kontamination mit Probenmatrix optimal schützen möchten. Wählen Sie den Jumper Chip, wenn die Proben eine höhere Reinheit besitzen und die Gefahr einer Kontamination des Flusswegs eher niedrig ist. (Weitere Hinweise dazu finden Sie in der technischen Übersicht 5991-8447DEE *Auswahl des richtigen Guard Chips für Ihre Applikation.*)

Der in das Intuvo-System integrierte Guard Chip dient als Retention-Gap. In herkömmlichen Luftbad-Öfen befindet sich dieses Retention-Gap im gleichen Ofen wie die Säule, und die Temperaturen in Retention-Gap und Säule sind immer gleich. Diese Betriebsweise wird auch beim Intuvo bevorzugt. Beim Transfer einer herkömmlichen Retention-Gap-Methode zum Intuvo wird für den Guard Chip der Modus der Ofentemperaturverfolgung eingestellt. In diesem Modus wird die Temperatur des Guard Chips immer an die Temperatur des Säulenofens angepasst: Auf diese Weise können die Retentionszeiten des einen Systems am besten beim anderen repliziert werden (Abb. 2).

Diese automatische, standardmäßige Temperatureinstellung des Intuvo repliziert die Ergebnisse der herkömmlichen Methodik am besten. Werden Proben mit besonders hoher Matrixbelastung analysiert, funktioniert die Matrixabfang-Funktion des Guard Chips am besten, wenn seine Temperatur dem Temperaturanstieg des Ofens folgt. Da Intuvo separate, unabhängig beheizte Flusswegelemente besitzt, können viele Flusswegtemperaturen jedoch auch unabhängig voneinander eingestellt

werden. Im Modus *Ramped Temperature* kann für den Guard Chip ein anderes Temperaturprogramm eingestellt werden als für die Säule. Dies ermöglicht einen Temperaturanstieg mit einer anderen Geschwindigkeit als der des Ofens.

Fortgeschrittene Benutzer stellen vielleicht fest, dass in manchen Fällen ein etwas anderer Temperaturanstieg im Guard Chip die Chromatographie verbessert. Im Modus *Ramped Temperature* kann der Guard Chip (oder Jumper Chip) auf eine isotherme Temperatur eingestellt werden (beispielsweise zwischen Einlasstemperatur und der maximalen Ofentemperatur). Dies ist wahrscheinlich die einfachste und beste Methode zur Analyse von flüchtigen Stoffen bei Headspace- oder Purge & Trap-Probenerfassung. Bei der Entwicklung von Methoden für die Analyse von hochreinen Proben kann die Einstellung des Jumper Chips auf eine isotherme Temperatur (Temperaturanstiegswert ist 0 im Modus *Ramped Temperature*) eine gute Strategie für die Maximierung des Durchsatzes sein.

Sind beim Transfer von etablierten herkömmlichen Methoden äquivalente chromatographische Ausgangssignale (und eine äquivalente Produktivität) das Ziel, dann erreichen Sie mit der einfachsten automatischen Standardeinstellung immer die beste Übereinstimmung.

Einstellungen für Intuvo Flow-Chips

Im Flussweg zwischen dem Guard Chip und der Säule ist mindestens ein Intuvo Flow-Chip auf einer Baugruppe unabhängiger Heizelemente montiert, die als „Bus“ bezeichnet wird (Abb. 1). In der Standardeinstellung wird die Temperatur der Busbaugruppe automatisch auf Grundlage der Säulenofentemperatur der

Methode auf einen isothermen Sollwert eingestellt. Alle im Bus installierten Intuvo Flow-Chips (z. B. am Einlass, im Detektor oder am Backflush) werden von der Busbaugruppe auf die gleiche Temperatur gebracht.

Genau wie beim Guard Chip kann die Standardeinstellung der Busbaugruppe manuell überschrieben werden. Es ist möglich, dass in einigen Fällen eine geringfügig niedrigere Bustemperatur (vielleicht 20 °C niedriger) leichte Vorteile hat, z. B. bei der Analyse von thermisch instabilen Verbindungen.

Detektoreinstellungen

Detektoren werden in Form von Detektorenden an die Busbaugruppe mitsamt integrierten Flow-Chips angeschlossen. Die Temperatur, auf die die Verbindungsstücke beheizt werden, entspricht der von der Methode bestimmten Detektortemperatur; bei dem Methodentransfer an das Intuvo-System sind in dieser Hinsicht keine zusätzlichen Einstellungen notwendig.

Flusseinstellungen der Methode

Im Allgemeinen entsprechen die Flusseinstellungen im Intuvo-System den Flusseinstellungen der Methode für herkömmliche Luftbad-Ofensysteme und können unmittelbar übernommen werden.

Intuvo-Systeme vereinfachen jedoch den Backflush und senken die Zahl der erforderlichen Entscheidungen. In einer separaten technischen Übersicht finden Sie Empfehlungen, wie von geringfügigen Flussratenänderungen betroffene retentionszeitbasierte Datenbanken verschoben werden können.

Schlussfolgerungen

Der Methodentransfer von einem herkömmlichen GC-System auf das Intuvo-System ist in der Regel unkompliziert. Das Intuvo-System wird genau wie ein herkömmlicher Gaschromatograph betrieben. Bei einem Methodentransfer zwischen zwei Plattformen bleiben die Split/Splitless- und Multimode-Einlass-Parameter, die stationären Phasen der Kapillarsäulen, die Ofentemperaturprogramme und die Detektor-Sollwerte gleich. Intuvo bietet jedoch einige zusätzliche, optionale Funktionen. Dank der automatischen Standardeinstellungen kann der Anwender diese Optionen leicht verstehen. In besonderen Fällen können fortgeschrittene Anwender weitere Steuerungsmöglichkeiten einsetzen, um Applikationen weiter zu optimieren.

Hier ist eine überblicksartige Zusammenfassung der Punkte, die beim Transfer von herkömmlichen Methoden auf das Intuvo-System berücksichtigt werden sollten:

- Eine herkömmliche Methode ist ein ausgezeichneter Startpunkt für eine Methode für das Intuvo-System. Damit haben Sie 90 % der Arbeit bereits erledigt.
- Für stärker matrixbelastete Proben wählen Sie den Guard Chip und für reinere Proben den Jumper Chip.
- Erlauben Sie die automatische Standardeinstellung von Guard Chip bzw. Jumper Chip, um die beste Übereinstimmung mit einer bestehenden Methode zu erzielen.
- Erwägen Sie die manuelle Einstellung einer etwas niedrigeren als die Standardtemperatur für die Busbaugruppe (z. B. eine Reduktion von 20 °C), wenn die Analyten thermisch stark instabil sind.
- Erwägen Sie eine isotherme Temperatur für den Jumper Chip, wenn flüchtige Substanzen mittels Headspace- oder Purge & Trap-Probenerfassung gemessen werden sollen.

Literatur

1. R. Veeneman, Methodentransfer an Intuvo: sechs praktische Beispiele (deutsch), *Agilent Technologies Technical Overview*, Publikationsnummer 5991-9150DEE, März **2018**.
2. R. Veeneman, Auswahl des richtigen Guard Chips für Ihre Applikation (deutsch), *Agilent Technologies Application Note*, Publikationsnummer 5991-8447DEE, November **2017**.
3. R. Veeneman, Aktualisierung von Pestizid-Retentionszeitbibliotheken für den Agilent Intuvo 9000 GC (deutsch), Publikationsnummer 5991-8446DEE, November **2017**.

www.agilent.com/chem

Änderungen vorbehalten.

© Agilent Technologies, Inc. 2018
Gedruckt in den USA, 5. April 2018
5991-9149DEE