

Simplificando a tradução de método para o Intuvo

Introdução

O sistema GC Agilent 9000 Intuvo incorpora uma tecnologia transformacional que simplifica consideravelmente a operação e melhora a eficiência e a produtividade do laboratório. Ele preserva tecnologias e designs comprovados e estabelecidos relacionados a injetores, colunas de sílica fundida e detectores, garantindo que os métodos analíticos convencionais possam ser transferidos para o Intuvo rapidamente, geralmente com modificações mínimas. Os cromatogramas do Intuvo parecem basicamente os mesmos dos sistemas convencionais. Como a mesma coluna de separação é usada com o Intuvo, a resolução e a ordem de eluição não se alteram em comparação com os GCs convencionais.

Devido a pequenas variações inevitáveis entre as trajetórias de fluxo de um sistema de GC para outro, os tempos de retenção de um método podem variar minimamente quando transferidos de um sistema para outro. Independentemente dos sistemas de GC entre os quais o método está sendo transferido, é sempre uma boa prática analítica verificar os tempos de retenção e fazer pequenos ajustes necessários. O Agilent Retention Time Locking Wizard (Assistente de Travamento do Tempo de Retenção) é uma ferramenta conveniente e poderosa que ajuda a automatizar este processo.

Esta Descrição técnica geral resume o que deve ser considerado ao transferir métodos entre sistemas de GC. Embora este estudo se concentre na transferência de métodos convencionais para os métodos do Intuvo, os conceitos são aplicáveis e úteis ao transferir métodos entre dois sistemas de GC quaisquer. Seis exemplos de transferência de método convencional para o Intuvo são detalhados em uma Nota de aplicação, para mais informações¹.

Noções básicas de transferência de método

Em geral, os métodos convencionais são transferidos perfeitamente dos sistemas de fornos de banho de ar para os sistemas de GC Intuvo. Sempre que transferir métodos entre sistemas, é importante garantir que os dois sistemas estejam configurados da mesma maneira. Se o sistema original estiver configurado com um injetor split/splitless e um detector FID, por exemplo, o Intuvo deve ser configurado da mesma maneira.

Para discussões sobre transferência de métodos, é útil identificar os vários componentes do Intuvo. A Figura 1 mostra esses componentes.

Considerações para o tempo de retenção

É normal que o comprimento da coluna varie ligeiramente de uma coluna para outra. Se uma coluna convencional foi cortada, é provável que seu comprimento varie da coluna do Intuvo. Isso poderia alterar ligeiramente os tempos de retenção. É uma boa prática sempre verificar os tempos de retenção e ajustar conforme o caso.

O Intuvo possui uma coluna (gap) de retenção embutida, portanto, ao transferir de um sistema convencional usando uma coluna (gap) de retenção semelhante (aproximadamente 0,75 m de caminho óptico), os tempos de retenção devem corresponder devidamente. Se o sistema convencional original não usar uma coluna de retenção, provavelmente haverá uma diferença no comprimento da trajetória de fluxo do Intuvo. Esta diferença pode levar a uma ligeira mudança ao transferir para o Intuvo, especialmente para os primeiros compostos eluentes. Isso deve ser esperado e deve-se ao fato do pequeno aumento no comprimento do caminho da coluna de retenção.

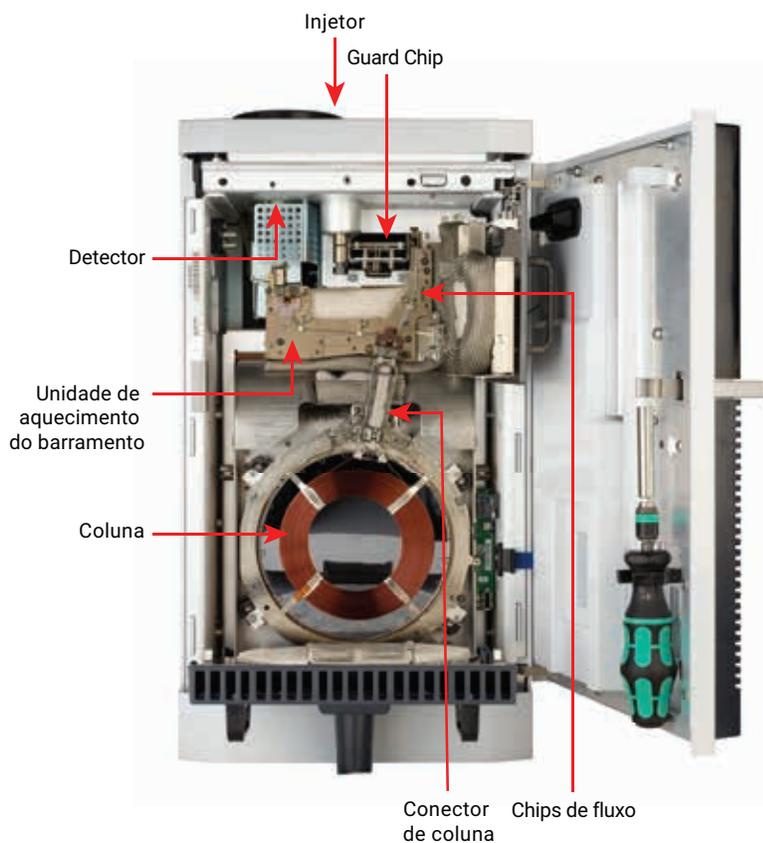


Figura 1. Componentes básicos da trajetória de fluxo do Agilent Intuvo 9000 GC.

Tabela 1. Na maioria das transferências de métodos, as configurações de temperatura não exigem intervenção do usuário; elas são iguais aos convencionais ou definidos automaticamente pelo GC Agilent Intuvo 9000.

Componente	Função	Ajuste de temperatura
Injetor	Equivalente ao convencional	Igual ao convencional
Guard Chip	Coluna de retenção	Padrão = configurado automaticamente para controlar a temperatura do forno do método Opcional = variável do usuário
Bloco de aquecimento do barramento	Função do forno	Padrão = configurado automaticamente pela temperatura do forno Opcional = variável do usuário
Conector de coluna		Automaticamente definido com base na temperatura do forno
Coluna	Equivalente ao convencional	Igual ao convencional
Detector		

Esses conceitos não são diferentes daqueles das transferências de métodos entre sistemas de diferentes fornecedores, ou vintage, e não mudam para o Intuvo.

Por exemplo, as Figuras 2 e 3 mostram cromatogramas e tempos de retenção relativos para mais de 60 compostos medidos por métodos idênticos para uma corrida do EPA 8270D EUA em um sistema GC Agilent 7890B e um GC 9000 Intuvo. O método 7890B original foi usado no Intuvo, usando

colunas exatamente específicas. Isso demonstra como os tempos de retenção são basicamente os mesmos. No entanto, uma pequena alteração nos tempos de retenção é evidente em alguns compostos de eluição precoce, porque o 7890B não foi equipado com uma coluna de retenção.

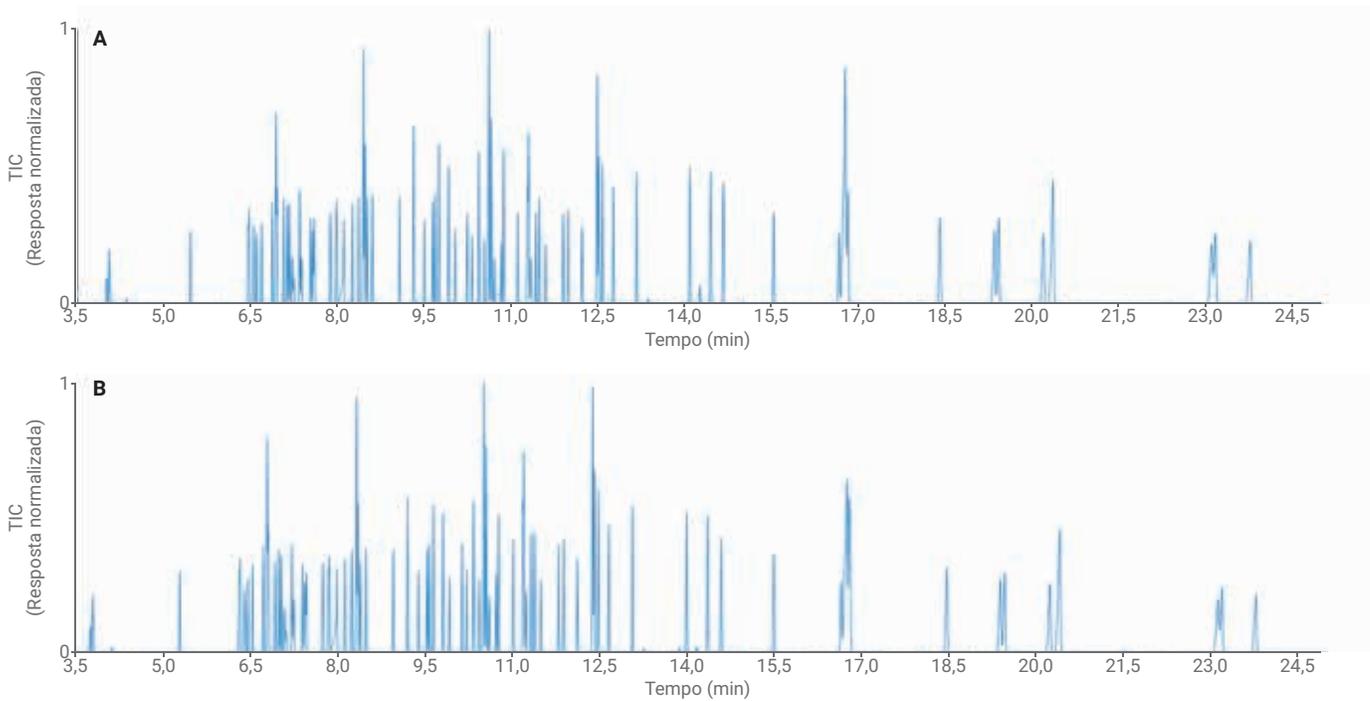


Figura 2. O sistema de GC Agilent Intuvo 9000 (A) tem um desempenho quase idêntico ao do sistema de GC Agilent 7890 (B) com os mesmos parâmetros de método.

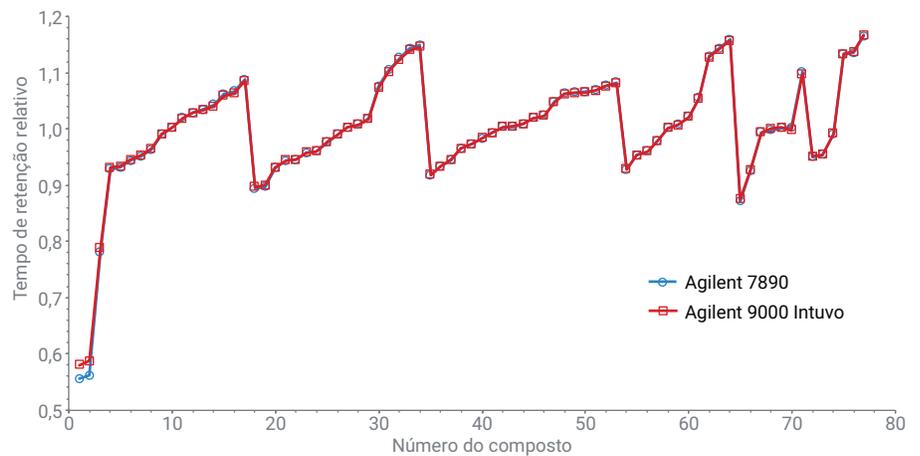


Figura 3. Os tempos de retenção relativos do sistema GC Agilent 7890 e do sistema GC Agilent 9000 Intuvo são praticamente idênticos.

Configurações do Intuvo Guard Chip

Existem duas opções de Guard Chips para o Intuvo: o Guard Chip padrão (aproximadamente 0,75 m de comprimento) e o Jumper Chip (aproximadamente 0,6 m de comprimento). Escolha o Guard Chip para proteção máxima da coluna contra contaminação da matriz de amostras e o Jumper Chip quando as amostras injetadas forem de maior pureza e a preocupação com a contaminação da trajetória de fluxo for baixa (consulte a Visão geral técnica 5991-8447EN *Choosing the Right Guard Chip for Your Application* [Selecionando o Guard Chip ideal para sua aplicação] para obter mais informações).

O Guard Chip integrado ao Intuvo atua como uma coluna de retenção. Nos fornos de banho de ar convencionais, a coluna de retenção é imersa no mesmo forno da coluna e a sua temperatura acompanha naturalmente a coluna. Esta é a operação preferida no Intuvo. Ao transferir um método de coluna de retenção convencional para o Intuvo, defina o Guard Chip para o modo de rastreamento do forno. Neste modo, a temperatura do Guard Chip rastreia a temperatura do forno para melhor replicar os tempos de retenção entre os dois sistemas (Figura 2).

O ajuste de temperatura padrão automático do Intuvo reproduz melhor o resultado da metodologia convencional. Para ajudar a proteger a coluna ao analisar amostras com matrizes especialmente sujas, o rastreamento da rampa de temperatura do forno ajuda a otimizar o potencial de captura da matriz no Guard Chip. Como o Intuvo é composto de elementos discretos de trajetória de fluxo aquecidos independentemente, muitas temperaturas da trajetória de fluxo podem ser definidas

independentemente. Por exemplo, é possível definir um programa de temperatura diferente para o Guard Chip em relação à coluna no modo de *temperatura em rampa*. Isso permite a opção de rampa em uma taxa diferente da do forno.

Usuários avançados podem achar, em alguns casos, que uma rampa levemente alterada para o Chip Guard pode melhorar a cromatografia. Normalmente, o modo de temperatura em rampa pode ser usado para definir o Guard Chip (ou Jumper Chip) a uma temperatura isotérmica (por exemplo, entre o injetor e o forno), que é provavelmente a maneira mais simples e melhor de analisar voláteis usando amostragem headspace ou purge-and-trap. Ao desenvolver métodos para uma maior taxa de transferência de amostras de alta pureza, definir uma temperatura isotérmica para o Jumper Chip (rampa zero no modo de *temperatura em rampa*) pode ser uma boa estratégia para maximizar a taxa de transferência.

Se um rendimento cromatográfico (e produtividade) equivalente for o objetivo na transferência de um método convencional estabelecido, as configurações padrão automáticas mais simples são sempre as melhores para obter equivalência.

Configurações do Chip de fluxo Intuvo

A trajetória de fluxo entre o Guard Chip e a coluna é composto por um ou mais Chips de fluxo Intuvo montados em uma unidade de aquecimento independente chamada de barramento (Figura 1). Por padrão, a temperatura de aquecimento do barramento é ajustada automaticamente para um ponto de ajuste isotérmico baseado na temperatura do forno do método. Todos

os Chips de fluxo Intuvo montados na unidade de aquecimento do barramento (por exemplo, chip de fluxo do injetor, chip de fluxo do detector ou chip de fluxo do backflush) são aquecidos na mesma temperatura pelo barramento.

Como na configuração do Guard Chip, a configuração padrão para a unidade de aquecimento do barramento pode ser modificada manualmente. Pode haver casos em que uma temperatura levemente mais baixa do barramento (talvez 20 °C ou menos) possa fornecer algum benefício, por exemplo, no caso de análises de compostos termicamente lábeis.

Configurações do detector

Os detectores são conectados à unidade de aquecimento do barramento e aos chips de fluxo integrados como caudas do detector. Esses conectores são aquecidos na mesma temperatura da temperatura do detector definida pelo método e não exigem configurações adicionais ao transferir o método para o Intuvo.

Configurações de fluxo do método

Em geral, as configurações de fluxo do Intuvo são equivalentes às configurações de fluxo do método em sistemas de fornos de banho de ar convencionais e podem ser transferidas diretamente.

No entanto, o Intuvo simplifica muito o backflush e reduz o número de decisões necessárias. Uma Visão geral técnica separada fornece diretrizes para mover bancos de dados baseados em tempo de retenção que podem ser afetados por mudanças sutis na vazão.

Conclusões

Em geral, a transferência de um método de um GC convencional para o Intuvo é direta. O Intuvo é operado da mesma maneira que um cromatógrafo gasoso convencional. Os parâmetros do injetor split/splitless e multimodo, as fases estacionárias da coluna capilar, os programas de temperatura do forno e os pontos de ajuste do detector permanecem os mesmos ao mover os métodos entre as duas plataformas. No entanto, o Intuvo oferece alguns recursos adicionais opcionais. As configurações padrão automáticas tornam essas opções transparentes para o usuário. Em casos específicos, o usuário avançado pode acessar uma quantidade maior de controle para ajudar a otimizar ainda mais as aplicações.

Aqui está um resumo de alto nível dos aspectos a serem considerados ao transferir métodos convencionais para o Intuvo:

- Um método convencional é uma ótima maneira de iniciar um método para o Intuvo. Já estará provavelmente mais de 90% finalizado.
- Escolha o Guard Chip para amostras mais sujas e o Jumper Chip para amostras de maior pureza.
- Permita que as configurações padrão do Guard e do Jumper Chip sejam definidas automaticamente para alcançar os resultados mais equivalentes ao método existente.
- Considere uma configuração manual de temperaturas ligeiramente mais baixas do que o padrão (por exemplo, 20 °C ou menos) da unidade de aquecimento do barramento para analitos bastante instáveis termicamente.
- Considere um Jumper Chip ajustado isotermicamente para medir voláteis por headspace ou purge-and-trap.

Referências

1. R. Veeneman, Transferindo métodos para o Intuvo: Seis exemplos práticos, Visão geral técnica Agilent Technologies, número de publicação 5991-9150PTBR, Maio **2018**.
2. R. Veeneman, Choosing the Right Guard Chip for Your Application, *Agilent Technologies Application Note*, número de publicação 5991-8447EN, Novembro **2017**.
3. R. Veeneman, Updating Pesticide Retention Time Libraries for the Agilent Intuvo 9000 GC, número de publicação 5991-8446EN, Novembro **2017**.

www.agilent.com/chem

Estas informações estão sujeitas a alterações sem aviso prévio.

© Agilent Technologies, Inc. 2018
Impresso nos EUA, 5 de abril de 2018
5991-9149PTBR