

Semplificazione del trasferimento dei metodi al sistema Intuvo

Introduzione

Il sistema GC Agilent Intuvo 9000 è la realizzazione pratica di una tecnologia trasformativa che semplifica significativamente l'operatività, oltre a migliorare l'efficienza e la produttività del laboratorio. Questo sistema preserva le tecnologie e i design affidabili e consolidati di iniettori, colonne in silice fusa e rivelatori, garantendo la possibilità di trasferire rapidamente alla tecnologia Intuvo i metodi analitici convenzionali, in genere con modifiche molto contenute. L'aspetto dei cromatogrammi Intuvo è in larga misura identico a quello dei cromatogrammi ottenuti con i sistemi convenzionali. Poiché il sistema Intuvo impiega la stessa colonna per la separazione, la risoluzione e l'ordine di eluizione non si scostano rispetto ai sistemi GC convenzionali.

A causa delle inevitabili lievi differenze nel percorso del flusso tra sistemi GC diversi, i tempi di ritenzione di un metodo possono variare leggermente in seguito al trasferimento da un sistema ad un altro. Indipendentemente dai gascromatografi tra i quali si trasferisce un metodo, una buona prassi analitica consiste nel controllare sempre i tempi di ritenzione e nell'apportare le lievi modifiche eventualmente necessarie. La procedura guidata Agilent per il blocco del tempo di ritenzione è uno strumento pratico e potente che aiuta ad automatizzare questo processo.

In questa Nota tecnica sono riassunti gli aspetti di cui tenere conto quando si trasferiscono metodi tra gascromatografi diversi. Sebbene questo studio sia incentrato sul trasferimento di metodi convenzionali al sistema Intuvo, i concetti sono validi e utili anche per il trasferimento di metodi tra due gascromatografi qualsiasi. Sei esempi di trasferimento del metodo da un sistema convenzionale a uno Intuvo sono illustrati in dettaglio in una Nota applicativa che funge da corollario alla presente Nota tecnica e che fornisce ulteriori informazioni al riguardo¹.

Principi di base del trasferimento del metodo

In genere, è possibile trasferire senza alcuna difficoltà i metodi convenzionali dai sistemi con forno classico ai sistemi GC Intuvo. Ogniquale volta si trasferiscono metodi tra sistemi diversi, è importante assicurarsi che i due sistemi siano configurati allo stesso modo. Se, per esempio, il sistema originale è configurato con un iniettore split/splitless e un rivelatore a ionizzazione di fiamma, anche il sistema Intuvo deve possedere la stessa configurazione.

Ai fini della discussione sul trasferimento del metodo, è utile identificare i vari componenti del sistema Intuvo. Tali componenti sono mostrati in Figura 1.

Considerazioni relative al tempo di ritenzione

È del tutto normale che vi sia una leggera differenza di lunghezza tra colonne diverse. Se una colonna convenzionale è stata accorciata, è probabile che possieda una lunghezza diversa rispetto alla colonna Intuvo. Ciò potrebbe comportare un lieve spostamento dei tempi di ritenzione. È buona prassi controllare sempre i tempi di ritenzione e apportare le modifiche eventualmente necessarie.

Il sistema Intuvo è dotato di retention gap integrato; pertanto, quando si esegue il trasferimento da un sistema convenzionale che utilizza un retention gap simile (lunghezza del percorso pari a circa 0,75 m), i tempi di ritenzione dovrebbero risultare ben confrontabili. Se il sistema convenzionale originale non impiega retention gap, è probabile che la lunghezza del percorso del flusso differisca rispetto al sistema Intuvo. Tale differenza potrebbe dare origine a un lieve spostamento in seguito al trasferimento su Intuvo, in particolare nel caso dei composti che eluiscono nelle fasi iniziali. Si tratta di un fenomeno atteso e riconducibile al leggero aumento di lunghezza del percorso del retention gap.

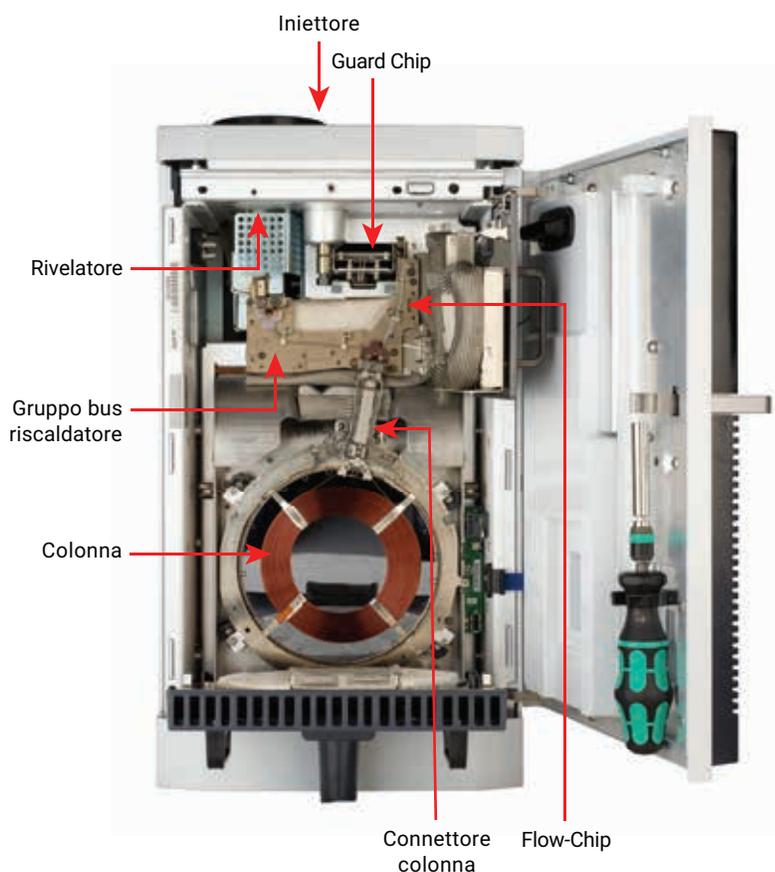


Figura 1. Componenti di base del percorso del flusso del sistema GC Agilent Intuvo 9000.

Tabella 1. Nella maggior parte dei trasferimenti di metodi, non è necessario che l'utilizzatore modifichi le impostazioni di temperatura; queste ultime, infatti, sono identiche a quelle convenzionali oppure vengono impostate automaticamente dal sistema GC Agilent Intuvo 9000.

Componente	Funzione	Impostazione di temperatura
Iniettore	Equivalente alla convenzionale	Identica alla convenzionale
Guard Chip	Retention gap	Impostazione predefinita = impostata automaticamente per seguire la temperatura del forno nel metodo Opzionale = variabile impostabile dall'utilizzatore
Blocco bus riscaldatore	Funzione del forno	Impostazione predefinita = impostata automaticamente dalla temperatura del forno Opzionale = variabile impostabile dall'utilizzatore
Connettore colonna		Impostata automaticamente in base alla temperatura del forno
Colonna	Equivalente alla convenzionale	Identica alla convenzionale
Rivelatore		

I concetti qui discussi riguardano anche il trasferimento di metodi tra sistemi di fornitori diversi, o sistemi di vecchia generazione, e non sono una novità legata all'introduzione del sistema Intuvo.

A titolo di esempio, in Figura 2 e Figura 3 sono mostrati i cromatogrammi e i tempi di ritenzione relativi di oltre 60 composti misurati tramite metodi identici per l'analisi US EPA 8270D eseguita su un sistema GC Agilent 7890B e un sistema GC Agilent Intuvo 9000. È stato utilizzato il metodo 7890B originale sul sistema Intuvo,

impiegando colonne dalle specifiche identiche. I risultati ottenuti dimostrano che i tempi di ritenzione sono in gran parte identici. È tuttavia evidente un leggero spostamento nei tempi di ritenzione che interessa alcuni composti che eluiscono nelle fasi iniziali, dovuto al fatto che il sistema 7890B era privo di retention gap.

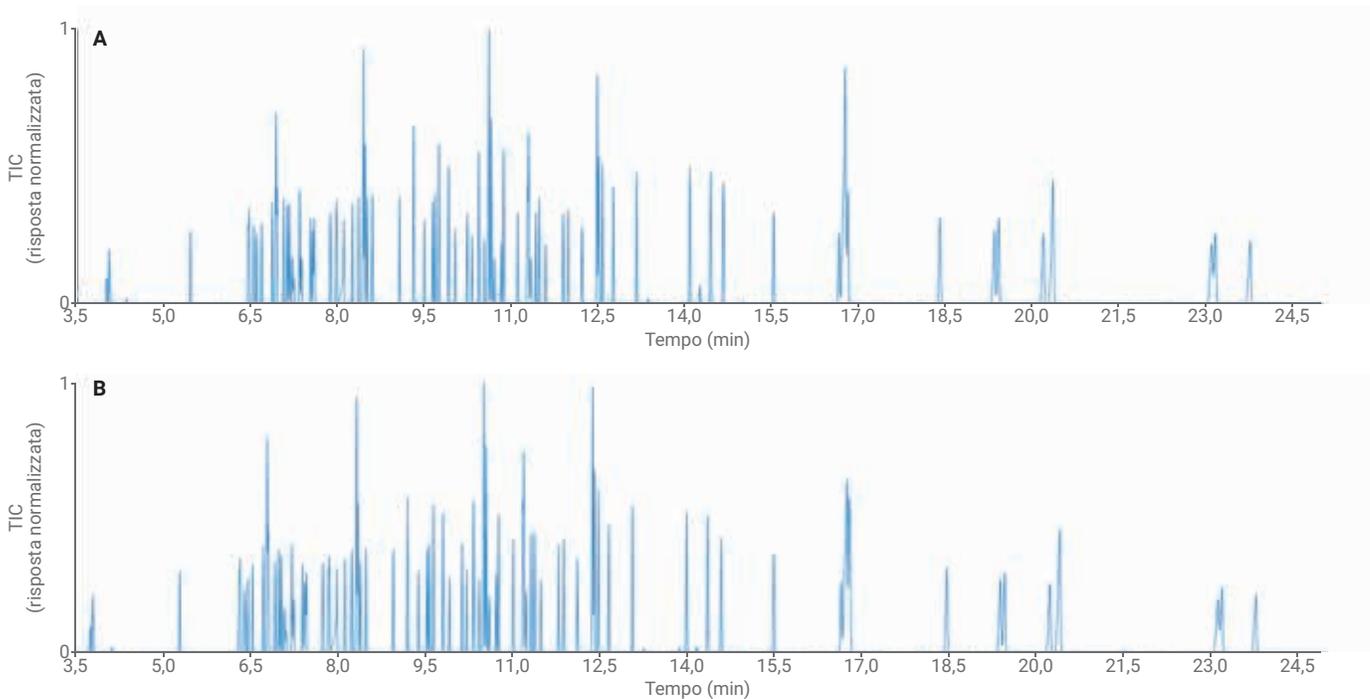


Figura 2. Il sistema GC Agilent Intuvo 9000 (A) fornisce prestazioni pressoché identiche al sistema GC Agilent 7890 (B) con gli stessi parametri del metodo.

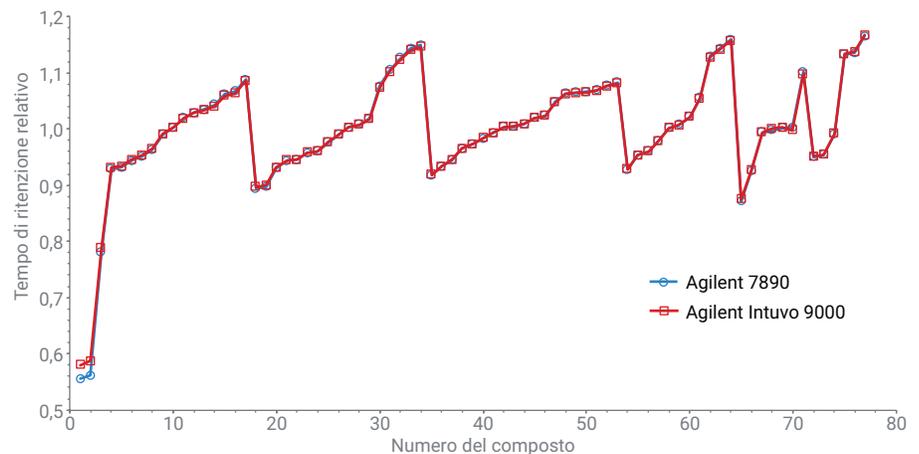


Figura 3. I tempi di ritenzione relativi per il sistema GC Agilent 7890 e il sistema GC Agilent Intuvo 9000 sono praticamente identici.

Impostazioni Intuvo Guard Chip

Due sono le possibili scelte di Guard Chip per il sistema Intuvo: il Guard Chip standard (lungo circa 0,75m) e il Jumper Chip (lungo circa 0,6m). Il Guard Chip va scelto per proteggere al massimo la colonna dalla contaminazione da parte della matrice del campione, mentre il Jumper Chip è indicato nel caso in cui i campioni iniettati sono più puliti e vi sono scarsi timori riguardo la contaminazione del percorso del flusso (vedere la Nota tecnica 5991-8447ITE *Scegli il giusto guard chip per la tua applicazione per maggiori informazioni*).

Il Guard Chip integrato nel sistema Intuvo funge da retention gap. Nei forni GC convenzionali, il retention gap è immerso nello stesso forno in cui si trova la colonna e la sua temperatura segue naturalmente quella della colonna. Si tratta della modalità di funzionamento preferita per il sistema Intuvo. Quando si trasferisce un metodo convenzionale con retention gap al sistema Intuvo, impostare il Guard Chip nella modalità Track Oven. In questa modalità, la temperatura del Guard Chip segue quella del forno così da riprodurre al meglio i tempi di ritenzione tra i due sistemi (Figura 2).

L'impostazione di temperatura predefinita automatica del sistema Intuvo riproduce al meglio i risultati della metodologia convenzionale. Al fine di migliorare la protezione della colonna durante l'analisi di campioni in matrici particolarmente sporche, seguire la rampa del forno aiuta a ottimizzare il potenziale di intrappolamento della matrice del Guard Chip. Poiché il sistema Intuvo è composto da elementi del percorso del flusso separati e riscaldati in maniera indipendente, è possibile impostare separatamente molte temperature del percorso del flusso. È possibile, ad esempio, impostare programmi di temperatura diversi per il Guard Chip

e la colonna nella modalità *Ramped Temperature*. Ciò offre la possibilità di eseguire una rampa a una velocità diversa rispetto a quella del forno.

Gli utilizzatori più esperti potrebbero notare che, in alcuni casi, una rampa leggermente modificata per il Guard Chip migliora la cromatografia. In genere la modalità *Ramped Temperature* può essere impiegata per impostare il Guard Chip (o il Jumper Chip) su una temperatura isoterma (compresa per esempio tra quella massima dell'iniettore e quella massima del forno); questa è probabilmente la soluzione ottimale e più semplice per l'analisi di composti volatili utilizzando il campionamento in spazio di testa o purge & trap. Quando si sviluppano metodi mirati alla massima produttività per l'analisi di campioni ad alta purezza, l'impostazione di una temperatura isoterma per il Jumper Chip (rampa nulla nella modalità *Ramped Temperature*) può essere una valida strategia per ottimizzare la produttività.

Se il trasferimento di un metodo consolidato mira a ottenere risultati cromatografici (e produttività) equivalenti, le impostazioni predefinite automatiche più semplici sono sempre le migliori ai fini dell'equivalenza.

Impostazioni Intuvo Flow-Chip

Il percorso del flusso tra Guard Chip e colonna è composto da uno o più Intuvo Flow-Chip montati su un gruppo riscaldatore indipendente detto bus (Figura 1). Per impostazione predefinita, la temperatura del bus riscaldatore è fissata automaticamente su un valore isotermico che dipende dalla temperatura del forno nel metodo. Il bus riscalda alla stessa temperatura tutti gli Intuvo Flow-Chip montati sul gruppo bus riscaldatore (per esempio Flow Chip dell'iniettore, Flow Chip del rivelatore o Flow Chip di backflush).

Analogamente al caso dell'impostazione del Guard Chip, anche l'impostazione predefinita del gruppo bus riscaldatore può essere sostituita manualmente. In alcuni casi una temperatura del bus leggermente più bassa (per esempio 20 °C in meno) può risultare vantaggiosa, ad esempio per l'analisi di composti termicamente labili.

Impostazioni del rivelatore

I rivelatori sono collegati al gruppo bus riscaldatore e i Flow-Chip integrati fungono da estremità dei rivelatori. Questi connettori sono riscaldati alla stessa temperatura del rivelatore impostata dal metodo e non richiedono ulteriori impostazioni per il trasferimento del metodo al sistema Intuvo.

Impostazioni di flusso del metodo

In genere, le impostazioni di flusso con Intuvo sono equivalenti alle impostazioni di flusso del metodo nei sistemi convenzionali e possono essere direttamente trasferite.

Il sistema Intuvo, tuttavia, semplifica nettamente il backflush e riduce il numero di decisioni da prendere. In una Nota tecnica separata sono fornite linee guida per trasferire i database dei tempi di ritenzione che possono subire modifiche in seguito a lievi variazioni della velocità del flusso.

Conclusioni

In genere, il trasferimento del metodo da un sistema GC convenzionale a uno Intuvo è immediato. Il funzionamento di un sistema Intuvo è lo stesso di un gascromatografo convenzionale. I parametri degli iniettori split/splitless e multimode, le fasi stazionarie delle colonne capillari, i programmi di temperatura del forno e le impostazioni del rivelatore non cambiano quando si trasferiscono i metodi tra le due piattaforme. Il sistema Intuvo, tuttavia, offre alcune funzionalità aggiuntive opzionali. Le impostazioni predefinite automatiche rendono tali opzioni perfettamente visibili all'utilizzatore. In casi specifici, un utilizzatore avanzato può usufruire di un maggior controllo per ottimizzare ulteriormente le applicazioni.

Di seguito è riportato un riepilogo generale degli aspetti da prendere in considerazione quando si trasferiscono metodi convenzionali al sistema Intuvo:

- Un metodo convenzionale è un eccellente punto di partenza per un metodo Intuvo. È probabile che sia già completo per più del 90%.
- Scegli il Guard Chip per campioni più sporchi e il Jumper Chip per campioni a purezza più elevata.
- Consenti l'impostazione automatica delle impostazioni predefinite di Guard e Jumper Chip per ottenere la massima equivalenza dei risultati rispetto a un metodo esistente.
- Considera la possibilità di impostare manualmente temperature leggermente più basse di quelle predefinite (per esempio 20 °C in meno) per il gruppo bus riscaldatore nel caso degli analiti termicamente molto labili.
- Considera la possibile impostazione isoterma del Jumper Chip per la misura di composti volatili tramite campionamento in spazio di testa o purge & trap.

Bibliografia

1. R. Veeneman, Trasferimento di metodi al sistema Intuvo: sei esempi pratici, Nota tecnica Agilent Technologies, codice pubblicazione 5991-9150ITE, giugno **2018**.
2. R. Veeneman, Scegli il giusto gaurd chip per la tua applicazione, *Nota applicativa Agilent Technologies*, codice pubblicazione 5991-8447ITE, ottobre **2017**.
3. R. Veeneman, Aggiornare le librerie dei pesticidi per il sistema GC Agilent Intuvo 9000, codice pubblicazione 5991-8446ITE, settembre **2017**.

www.agilent.com/chem

Le informazioni fornite possono variare senza preavviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2018
Stampato negli Stati Uniti, 5 aprile 2018
5991-9149ITE