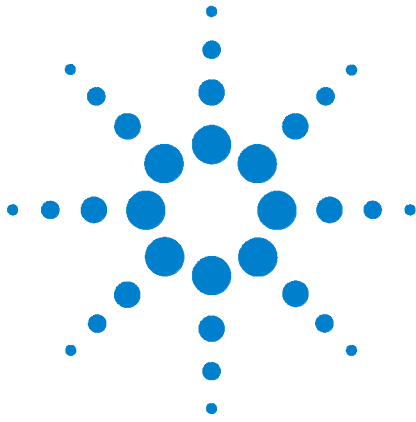




Iniezione di grandi volumi

Esercitazione sull'iniettore multimodale Agilent (MMI)

Modalità splitless a caldo 2

Modalità splitless a freddo 3

Scarico del solvente 4

Esercitazione 4

Sono numerosi i ricercatori impegnati nell'esplorazione delle tecniche di iniezione di grandi volumi (LVI) per migliorare le attuali forme di analisi. Con gli strumenti di iniezione tradizionali utilizzati nella gascromatografia capillare, la maggior parte degli iniettori e delle colonne possono gestire uno o due microlitri per volta. L'aumento di volume dell'iniezione comporta picchi dell'analita allargati e distorti, picchi anomali di solvente grandi ed estesi nonché la saturazione e il danneggiamento dei rilevatori.

Il desiderio di incrementare il volume dell'iniezione nasce dalla necessità di migliorare l'analisi dei residui. Introducendo più campioni nel sistema, la massa dell'analita che raggiunge il rilevatore aumenta proporzionalmente. Ne risultano aree e altezze di picco più ampie. Se il rumore della linea di base viene mantenuto costante, altezze maggiori del picco determinano un rapporto segnale/rumore più preciso e limiti minori di rilevazione del sistema. Un altro vantaggio della tecnica LVI è dato dalla possibilità di ridurre il quantitativo di campione elaborato inizialmente. Ad esempio, si supponga che un campione di acqua contenga 1000 ng/L di inquinante. Se il metodo attuale estrae l'inquinante e lo ricompone in un millilitro di solvente, la concentrazione dell'analita nell'estratto è di 1000 ng/mL. L'iniezione di un microlitro di estratto immette 1 ng nella colonna. La tecnica LVI consente un volume di iniezione di dieci microlitri. Il ricercatore può quindi iniziare con 100 mL di campione, estrarlo con minore solvente e ricomporlo in un millilitro. Un'iniezione di dieci microlitri immette 1 ng nella colonna come prima, ma il campione e il solvente per l'estrazione necessari sono inferiori in termini di quantitativo. Un altro vantaggio nell'utilizzo della tecnica LVI è dato dalla riduzione di solvente che raggiunge il rilevatore. Solitamente, solo il 10-30% del solvente per iniezione entra realmente nella colonna e raggiunge il rilevatore.



La tecnica LVI può essere applicata a volumi di iniezione di pochi microlitri fino a uno o più millilitri. Nella maggioranza dei casi di utilizzo della tecnica LVI, il solvente del campione evapora in maniera selettiva e scompare dal sistema prima che gli analiti siano trasferiti nella colonna per la separazione. La tecnica LVI si accomuna quindi all'evaporazione dell'azoto o all'evaporazione a rotazione del solvente con l'ulteriore vantaggio che tale processo avviene nell'iniettore del GC e non in una cappa aspirante. Gli analiti che diversamente andrebbero persi durante l'evaporazione dell'azoto possono invece essere conservati nell'iniettore e analizzati tramite la tecnica LVI. La tecnica LVI può inoltre essere automatizzata e riprodotta. Come in altre tecniche di evaporazione, la LVI costituisce una funzione del tipo di solvente, della temperatura dell'iniettore, del flusso di scarico del gas di evaporazione e del punto di ebollizione dell'analita. Inoltre, la pressione dell'iniettore durante l'evaporazione e il liner dell'iniettore influiscono sulla velocità di eliminazione del solvente e di recupero dell'analita. Questi parametri saranno descritti nei dettagli durante l'esercitazione.

Modalità splitless a caldo

Molti dei ricercatori che impiegano la tecnica LVI, utilizzano l'iniezione splitless a caldo. Da quasi 40 anni si utilizza questo metodo di introduzione del campione provato e affidabile. Presenta tuttavia alcuni limiti legati all'integrità del campione che lo sviluppatore del metodo deve affrontare. Prima di tutto, perché la nuvola di vapore risultante possa essere trasferita alla colonna, è necessario che l'iniettore sia sufficientemente caldo per eseguire una vaporizzazione flash del solvente e degli analiti. Il volume del liner dell'iniettore deve essere sufficientemente grande da contenere questa nuvola di vapore. Se il volume del liner è invece troppo piccolo, il campione vaporizzato può fuoriuscire dal liner e raggiungere le superfici reattive, comportando la perdita dell'analita. Inoltre, l'onda di pressione generata dal campione vaporizzato può scontrarsi con il gas di trasporto in entrata e raggiungere i sistemi di controllo di pressione e flusso sensibili. Utilizzando un calcolatore di pressione/flusso Agilent, si ottiene che l'iniezione di un microlitro di acetone in un iniettore a 240 °C e 14,5 psig sviluppa 288 μL di gas. La maggior parte dei liner di iniettori split/splitless standard possiede un volume nominale di un millilitro. In queste circostanze, un incremento del volume di iniezione a soli 3,5 μL crea una nuvola di vapore di un millilitro che potrebbe facilmente fuoriuscire dal liner dell'iniettore.

L'iniezione splitless a caldo crea inoltre un ambiente impegnativo per gli analiti instabili dal punto di vista termico. Alcuni composti come le organoclorine (DDT ed endrina) possono riordinarsi dando vita a composti di rottura. Questo

processo è accelerato dalle temperature dell'iniettore utilizzate solitamente per analizzarli. L'efficace disattivazione chimica del liner può ridurre al minimo la rottura dell'analita. Le temperature elevate dell'iniettore possono tuttavia diminuire la durata dei liner disattivati.

L'iniezione splitless a caldo offre inoltre la possibilità di frazionare l'ago o discriminare l'analita. La temperatura dell'ago aumenta man mano che il campione viene trasferito dalla siringa all'iniettore poiché l'ago è a contatto con il setto. Con l'aumento della temperatura dell'ago, il solvente può iniziare a "bollire" e depositare gli analiti a elevata ebollizione all'interno dell'ago. Per evitare questo problema di frazionamento, alcuni ricercatori prima caricano un tappo di solvente nella siringa e poi definiscono il volume del campione desiderato. L'idea quindi è di utilizzare il solvente per eliminare qualsiasi deposito all'interno dell'iniettore. Il problema si risolve efficacemente ricorrendo all'iniezione ad alta velocità. In questo modo il tempo di contatto tra ago e setto è minimizzato e così come tra campione e ago. Nonostante queste questioni, l'iniezione splitless a caldo può raggiungere buoni risultati. Un approccio alternativo è rappresentato dall'iniezione splitless a freddo che è in grado di risolvere tali problematiche e migliorare i risultati delle analisi.

Modalità splitless a freddo

L'iniettore multimodale Agilent (MMI) utilizza gli stessi liner e consumabili dell'iniettore split/splitless standard. È pertanto compatibile con le modalità split e splitless a caldo esistenti. Poiché la temperatura può essere programmata, è possibile eseguire le analisi in modalità split e splitless a freddo. In modalità splitless a freddo, l'iniettore MMI viene raffreddato al di sotto della normale temperatura di ebollizione del solvente del campione. In questo modo non si assiste a vaporizzazione all'iniezione del campione. L'iniezione non è altro che un trasferimento di liquidi dalla siringa all'iniettore. Dopo aver rimosso la siringa dall'iniettore, l'iniettore viene riscaldato perché il campione evapori e sia trasferito alla colonna. Prima il solvente vaporizza e si sposta nella colonna, permettendo così di poter focalizzare l'analita come con una normale iniezione splitless a caldo. Successivamente vaporizzano gli analiti e si spostano nella colonna. Il vantaggio principale è dato dal fatto che gli analiti vaporizzano alla temperatura minima ammessa dall'iniettore e non a una temperatura alta e costante, minimizzando così il deterioramento termico e nello stesso tempo consentendo la vaporizzazione di un'ampia serie di analiti. Le operazioni splitless a freddo, inoltre, non mettono a dura prova il liner dal punto di vista termico come succede in modalità a caldo, prolungandone così la durata. Con la modalità splitless a freddo, in taluni casi è inoltre possibile aumentare la quantità di campione iniettabile. Se l'iniettore è programmato a

bassa temperatura, il solvente può vaporizzare lentamente senza superare il volume dell'iniettore. Purché gli analiti possano essere rifocalizzati sulla colonna, i programmi a bassa temperatura non determinano effetti dannosi sulla cromatografia.

Scarico del solvente

La modalità di scarico del solvente è determinata da come l'iniettore MMI esegue la tecnica LVI. In questa modalità, al momento dell'applicazione del campione l'iniettore rimane alla bassa temperatura iniziale. Dal punto di vista pneumatico, l'iniettore è in modalità split con una pressione bassa dell'iniettore. Il flusso di gas che attraversa il liner e raggiunge la ventola rimuove il solvente di evaporazione. Il campione viene iniettato e il liquido in entrata si deposita sulla parete del liner. A velocità simile, evapora il solvente. Una volta iniettato l'intero campione, l'iniettore passa alla modalità splitless per trasferire l'analita. L'iniettore viene riscaldato perché il campione concentrato ed eventuali residui di solvente vaporizzino e siano trasferiti nella colonna. Trascorso il tempo necessario per il trasferimento del campione, l'iniettore passa alla modalità di spurgo per rimuovere resti di materiale all'interno dell'iniettore. Durante l'iniezione del campione e lo scarico del solvente, il forno del GC è rimasto a una temperatura tale da consentire al solvente di rifocalizzazione gli analiti sulla colonna. Al termine della rifocalizzazione, il forno viene programmato per eseguire la separazione.

Esercitazione

Per seguire questa esercitazione è possibile utilizzare un attuale metodo splitless a caldo oppure il campione di prova fornito con lo strumento. Per dimostrare il processo di sviluppo del metodo, viene impiegato il campione di prova MDL del rivelatore a ionizzazione di fiamma (FID) (codice prodotto 5188-5372). Questo campione contiene quattro idrocarburi (C13, C14, C15 e C16) in isottano. Si utilizza un rivelatore a ionizzazione di fiamma per illustrare meglio il comportamento della tecnica LVI sugli analiti che eluiscono vicini al solvente e sul solvente stesso.

Fase 1 - Splitless a caldo

Eseguire il metodo corrente per calibrare il sistema sui calcoli di recupero. Come prima fase, analizzare il campione mediante il metodo splitless a caldo esistente oppure utilizzare le condizioni indicate sotto per la miscela di alcani FID MDL.

Colonna e campione

Tipo	HP-5, 30 m x 0,32 mm x 0,25 µm (19091J-413)
Campione	Campione di prova FID MDL (5188-5372)
Flusso colonna	4 mL/min
Modalità colonna	Flusso costante

MMI

Modalità	Splitless
Temperatura iniettore	250 °C
Tempo iniziale	5 min
Velocità 1	0 °C/min
Tempo spurgo	2 min
Flusso spurgo	60 mL/min
Spurgo setto	3 mL/min

FID

Temperatura	300 °C
Flusso H2	30 mL/min
Flusso aria	400 mL/min
Flusso makeup (N2)	25 mL/min
Offset accensione	Solitamente 2 pA

Forno

Temperatura iniziale	50 °C
Tempo iniziale	2 min
Velocità 1	20 °C/min
Temperatura finale	200 °C
Tempo finale	0 min

Forno

Lavaggi campioni	2
Pompe campione	6
Volume iniezione	1 µL
Dimensioni siringa	10 µL
Lavaggi solvente A pre-iniezione	3
Lavaggi solvente B pre-iniezione	3
Lavaggi solvente A post-iniezione	3
Lavaggi solvente B post-iniezione	3
Ritardo viscosità	0
Velocità stantuffo	Veloce
Pausa pre-iniezione	0
Pausa post-iniezione	0

Sistema dati

Velocità dati	20 Hz
---------------	-------

Per ottenere una media delle aree di picco, è possibile ripetere l'analisi del campione 2 o 3 volte. La [Figura 1](#) mostra i risultati tipici per il campione FID MDL con queste condizioni.

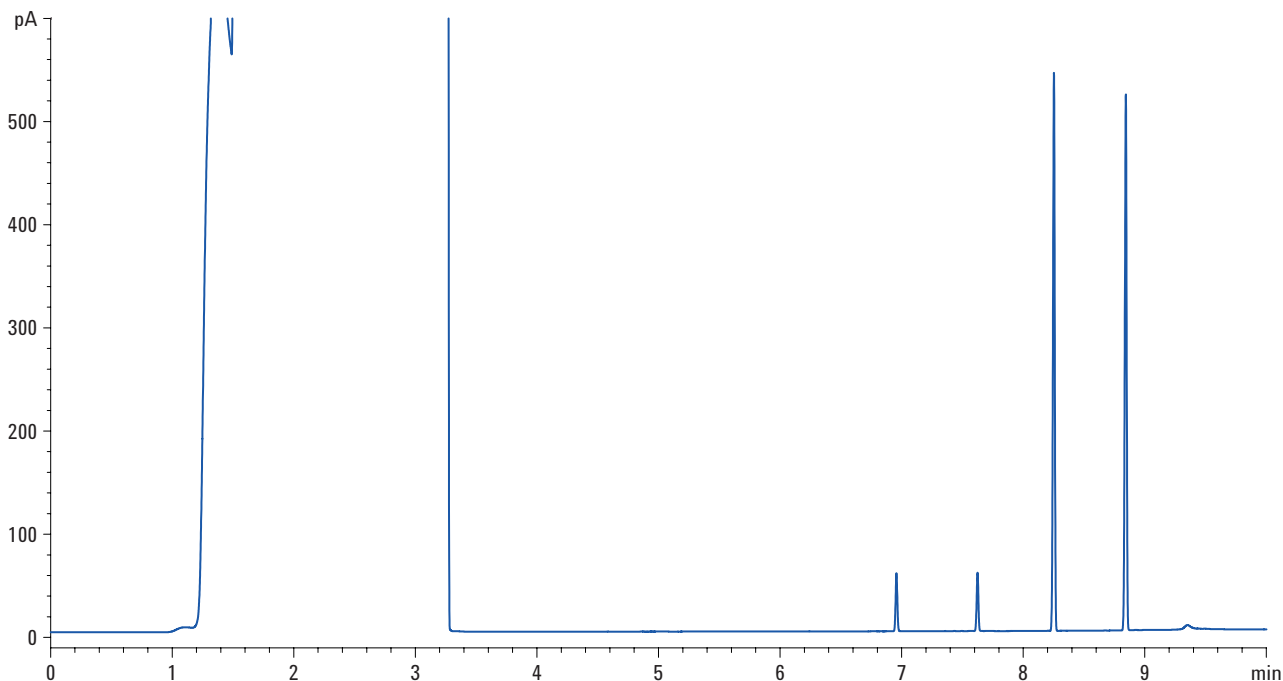


Figura 1 Risultati tipici del campione FID MDL con modalità splitless a caldo

Fase 2 - Splitless a freddo

Per eseguire l'analisi splitless a freddo, modificare la temperatura dell'iniettore. Impostare la temperatura dell'iniettore su 5-10 °C in meno rispetto al normale punto di ebollizione del solvente del campione. Mantenere a questa temperatura per 0,1 minuti, quindi impostare l'iniettore su 720 °C/min per eseguire la modalità splitless a caldo. Considerare le condizioni indicate sotto per il metodo FID MDL (sono specificate solo le condizioni del MMI poiché il resto non varia rispetto alla modalità splitless a caldo).

MMI

Modalità	Splitless
Temperatura iniettore	90 °C
Tempo iniziale	0,1 min
Velocità 1	720 °C
Temperatura finale	250 °C
Tempo finale	5 min
Tempo spurgo	2 min

MMI(continuazione)

Flusso spurgo	60 mL/min
Spurgo setto	3 mL/min

Confrontare le aree, le ampiezze e le forme del picco ottenute in modalità splitless a caldo e a freddo. La [Figura 2](#) mostra i risultati tipici in modalità splitless a freddo per il campione FID MDL con queste condizioni. Per questo campione non risultano sostanziali differenze tra la modalità splitless a freddo e a caldo.

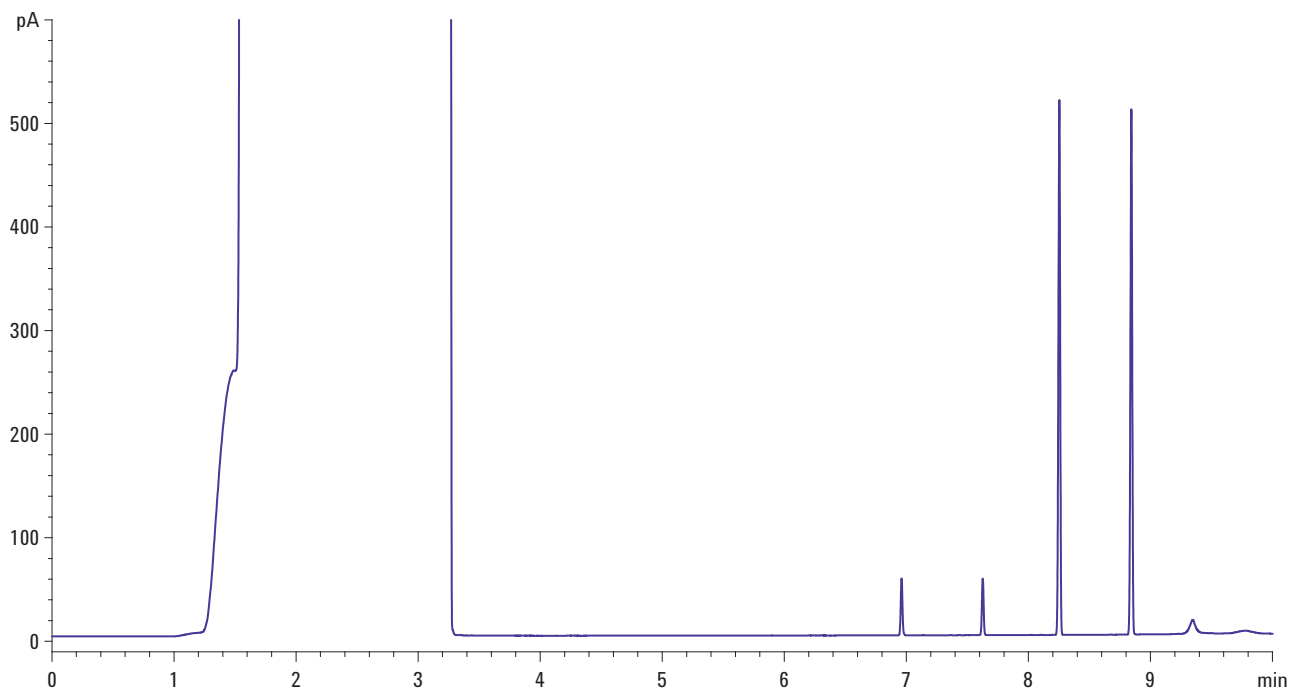


Figura 2 Risultati tipici del campione FID MDL con modalità splitless a freddo

Fase 3 - Scarico del solvente

Modificare la modalità del MMI sulla modalità di scarico del solvente. Compare il pulsante **Solvent Elimination Calculator** ([Figura 3](#)).

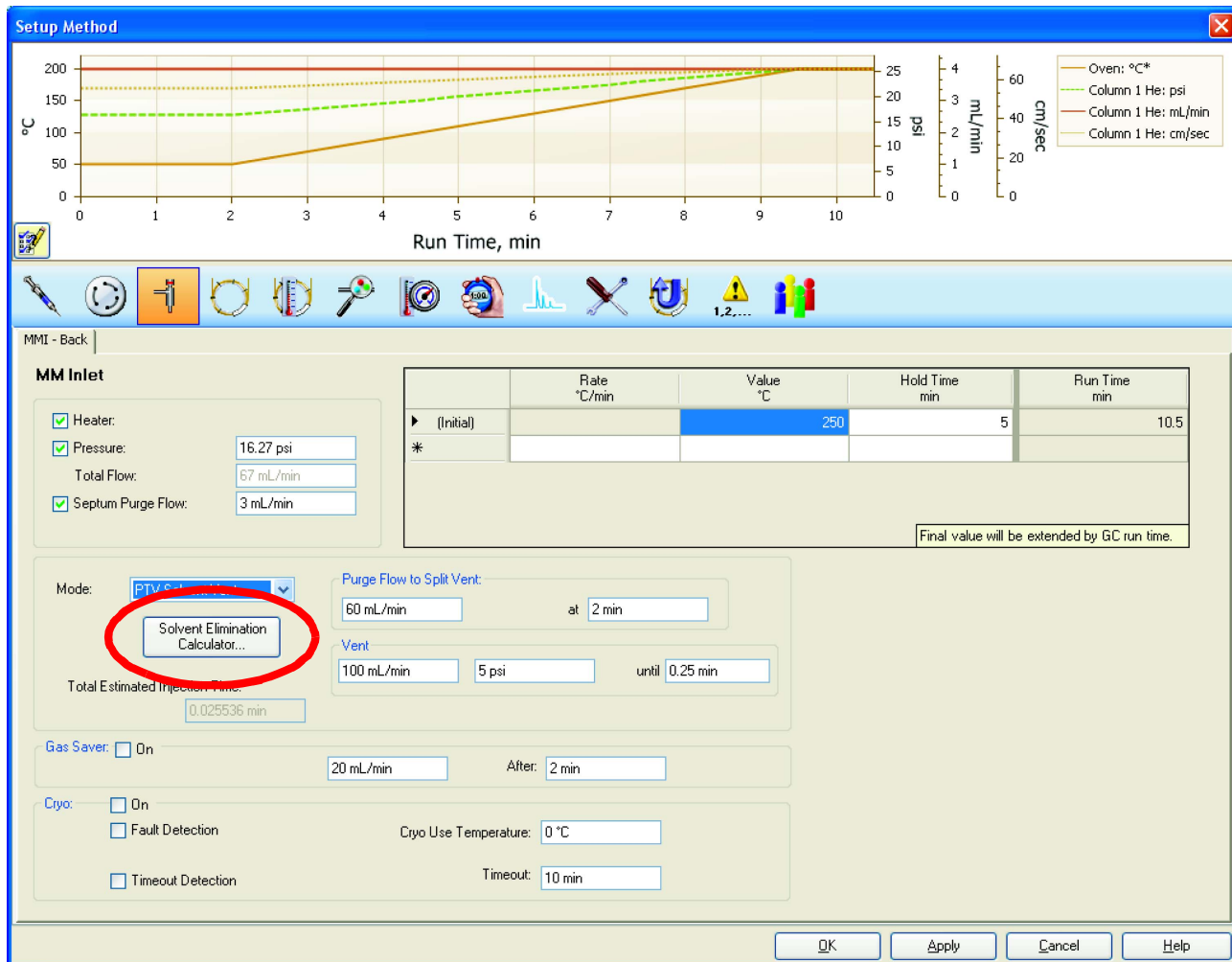


Figura 3 Accesso al calcolatore per eliminazione del solvente

Questo calcolatore è stato progettato come supporto all'impostazione di condizioni iniziali ragionevoli per la tecnica LVI. Fare clic sul pulsante **Solvent Elimination Calculator** per avviare il calcolatore. Nella prima videata (Figura 4), viene richiesta una serie di informazioni. Indicare il solvente del campione e il volume di iniezione desiderato. Il calcolatore "conosce" la siringa attualmente installata e consentirà l'utilizzo di solo il 50% del volume da iniettare. Se è richiesto un volume maggiore, il calcolatore avviserà che il sistema non può iniettare tale volume e indicherà come procedere. Il terzo dato da indicare è il punto di ebollizione del primo analita che eluisce. Se lo si conosce, selezionare la temperatura più vicina a tale valore. Diversamente lasciare impostato su 150 °C così da conservare un'ampia serie di analiti. Per il campione FID MDL,

selezionare isottano come solvente, 5 µL come volume di iniezione e 200 °C come punto di ebollizione. Fare clic su **Next** per passare alla videata di calcolo.

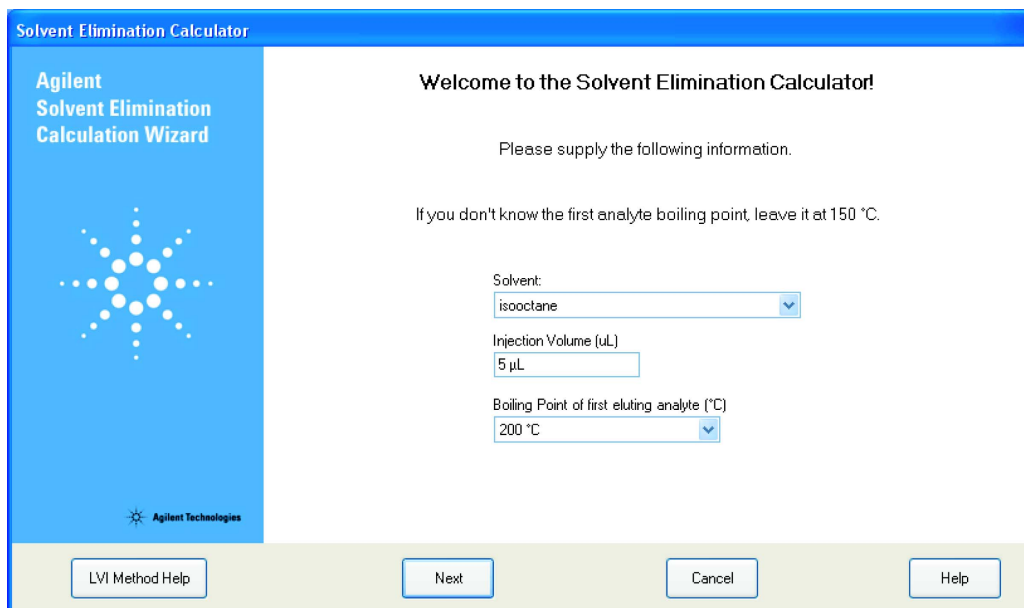


Figura 4 Calcolatore per eliminazione del solvente

La [Figura 5](#) mostra la videata di calcolo. Considerando le informazioni fornite, il calcolatore ha utilizzato una serie iniziale di condizioni dello strumento con cui determinare la velocità di eliminazione del solvente su base teorica. Tale velocità di eliminazione (Elimination Rate) non considera altri fattori specifici della tecnica LVI ed è generalmente è troppo rapida sulla base dell'esperienza pratica. La velocità di iniezione consigliata (Suggested Injection Rate) invece considera tali fattori e prevede un piccolo quantitativo di solvente residuo nel liner al termine dello scarico. Questo solvente serve da "trappola" di liquidi per analiti più volatili e ne favorisce il recupero. La durata di scarico consigliata (Suggested Vent Time) si ottiene dividendo il volume di iniezione per la velocità di iniezione consigliata (Suggested Injection Rate).

NOTA

Per ulteriori informazioni, consultare la Guida sulla tecnica LVI disponibile con il software per il controllo dello strumento.

Figura 5 Variabili del calcolatore per eliminazione del solvente

Le variabili per la determinazione della velocità di eliminazione possono essere impostate dall'utente nella parte bassa della finestra. Per visualizzare l'interazione di tali parametri, apportare le seguenti modifiche (contrassegnate in **rosso**) e registrare la velocità di eliminazione (Elimination Rate) nella [Tabella 1](#).

Tabella 1 Tabella sulla velocità di eliminazione

Temp.iniettore (°C)	Flusso scarico (mL/min)	Volume iniez. (µL)	Pressione scarico (psig)	Pressione uscita (psig)	Solvente	Velocità eliminazione (µL/min)
60	100	5	5	0	Isottano	137,64
40	100	5	5	0	Isottano	
60	50	5	5	0	Isottano	
60	100	5	2	0	Isottano	
60	100	5	5	2	Isottano	
60	100	5	5	0	Esano	

Considerare che una piccola modifica sulla temperatura dell'iniettore influisce notevolmente sulla velocità di eliminazione. Il flusso di scarico ha un effetto lineare, quindi la diminuzione di un fattore di due nel flusso di scarico determina

un'uguale diminuzione della velocità di eliminazione. Quando la velocità di scarico, la velocità di eliminazione aumenta. È bene ricordare inoltre che la pressione di scarico influisce anche sul quantitativo di solvente che raggiunge la colonna durante lo scarico. Se la pressione di scarico aumenta, in colonna viene caricato un quantitativo di solvente maggiore prima che gli analiti siano trasferiti. Il tipo di solvente, infine, e nello specifico il suo punto di ebollizione normale, agisce in maniera sostanziale sulla velocità di eliminazione.

Per proseguire con l'esercitazione, reimpostare i valori del calcolatore su quelli visualizzati nella [Figura 5](#) ed elencati sotto. Fare clic su **Next** per passare alla videata di modifica del metodo ([Figura 6](#)).

MMI

Modalità	Scarico solvente
Temperatura iniettore	60 °C
Tempo iniziale	0,07 min
Velocità 1	720 °C
Temperatura finale	250 °C
Tempo finale	5 min
Flusso scarico	100 mL/min
Pressione scarico	5 psig
Tempo scarico	0,07 min
Tempo spurgo	2,57 min
Flusso spurgo	60 mL/min
Spurgo setto	3 mL/min

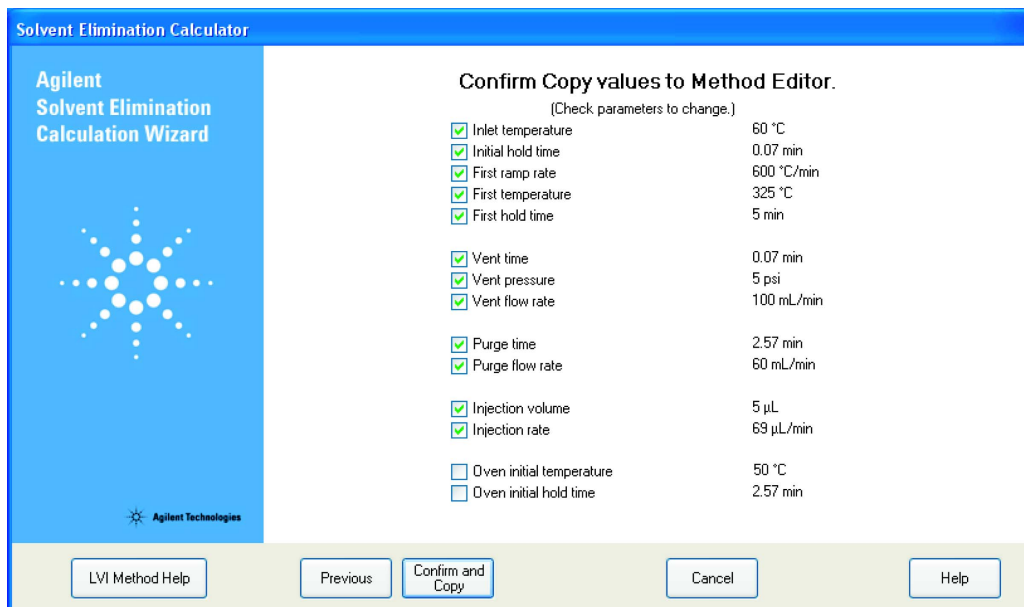


Figura 6 Modifiche al metodo per il download in Method Editor (calcolatore per eliminazione del solvente)

In questa videata sono visualizzate tutte le modifiche al metodo che saranno scaricate nella videata Edit Parameters. È possibile scegliere di accettare o rifiutare questi parametri. La temperatura iniziale del forno e il tempo di attesa non sono contrassegnati in automatico se il metodo non richiede la modifica di tali valori (ad esempio nel caso di un metodo con tempo di ritenzione bloccato). Per il campione FID MDL fare clic su **Confirm and Copy**, quindi **Ok** per passare alla videata Edit Parameters.

Eseguire l'analisi e confrontare le aree di picco tra questa analisi e quella originale eseguita in modalità splitless a caldo. La [Figura 7](#) mostra una sovrapposizione delle due analisi. La traccia in rosso corrisponde al risultato ottenuto con l'iniezione originale in modalità splitless a caldo mentre la traccia in blu indica il risultato in modalità di scarico del solvente.

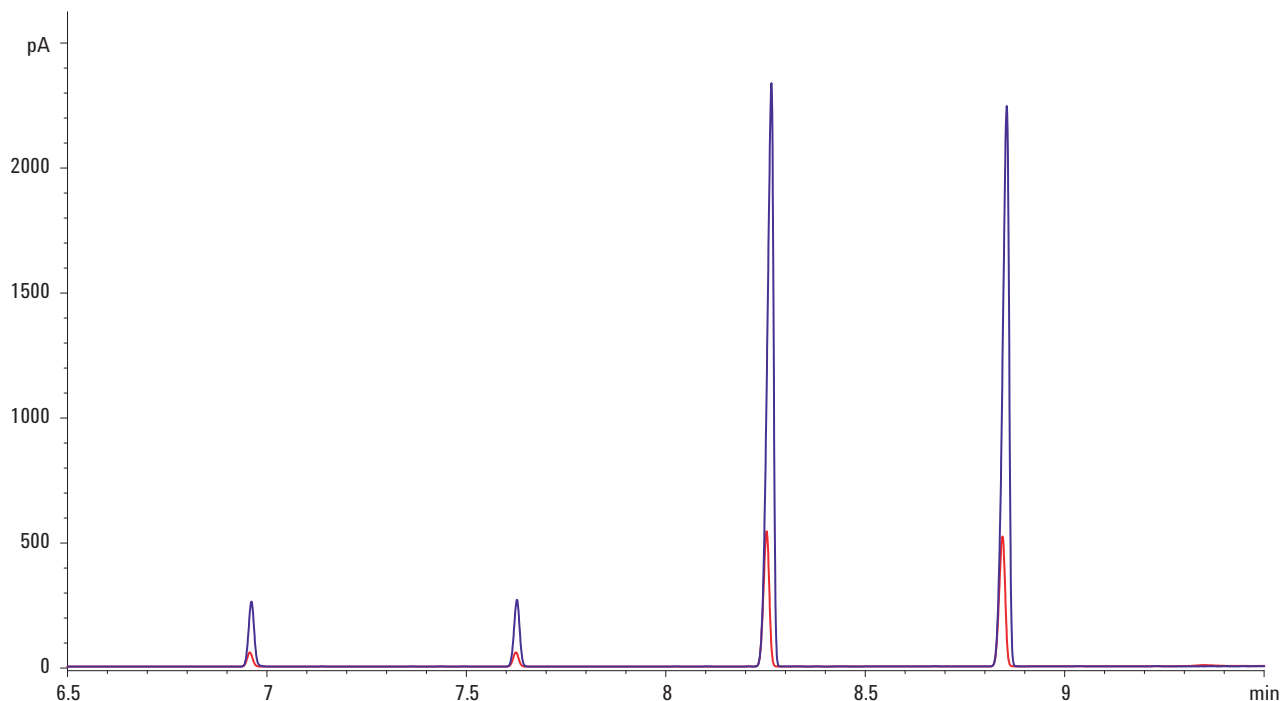


Figura 7 Risultato dell'iniezione originale in modalità splitless a caldo sovrapposto al risultato in modalità di scarico del solvente

La [Tabella 2](#) mette a confronto le aree di picco risultate dalle due analisi. Le ampiezze del picco degli analiti sono quasi identiche in entrambe le analisi. I picchi risultati sono cinque volte più alti con una conseguente crescita quintupla del rapporto segnale/rumore.

Tabella 2 Aree di picco risultate per le analisi in modalità splitless a caldo e scarico del solvente

Modalità iniettore	Area solvente	Area C13	Area C14	Area C15	Area C16
Splitless a caldo 1 μ L	17113114	56	56	555	554
Scarico solvente 5 μ L	36859256	261	268	2622	2596
Recupero scarico solvente	44%	93%	96%	94%	94%

Nella [Tabella 2](#), il recupero dello scarico del solvente è stato calcolato dividendo le aree di analisi dello scarico del solvente per cinque volte le aree in modalità splitless a caldo. Per gli analiti, i recuperi sono di quasi il 100% e sono quasi identici. Ciò significa che le condizioni di scarico del solvente hanno determinato essenzialmente un miglioramento di cinque volte

dei limiti di rilevamento dello strumento. Notare che il recupero del solvente è solo del 44%. Questo indica che dei 5 μL di iniezione del campione, solo 2,2 μL sono entrati in colonna.

Il tutto può essere riportato su volumi di iniezione maggiori. Installare quindi una siringa più grande nel campionatore automatico, ad esempio da 25 o 50 μL . Aumentare il volume di iniezione a 10 μL e utilizzare il calcolatore per l'eliminazione del solvente per determinare le condizioni iniziali. Per il campione FID MDL, le condizioni del MMI sono le seguenti:

MMI

Modalità	Scarico solvente
Temperatura iniettore	60 °C
Tempo iniziale	0,15 min
Velocità 1	720 °C
Temperatura finale	250 °C
Tempo finale	5 min
Flusso scarico	100 mL/min
Pressione scarico	5 psig
Tempo scarico	0,15 min
Tempo spurgo	2,65 min
Flusso spurgo	60 mL/min
Spurgo setto	3 mL/min

La [Figura 8](#) mostra i dettagli dei picchi dell'analita con un'iniezione da 10 μL . I primi due picchi sono quasi simmetrici invece gli ultimi due sono chiaramente esempi di fronting. Questo effetto è dovuto in parte a un sovraccarico della colonna e in parte al quantitativo di solvente trasferito in colonna.

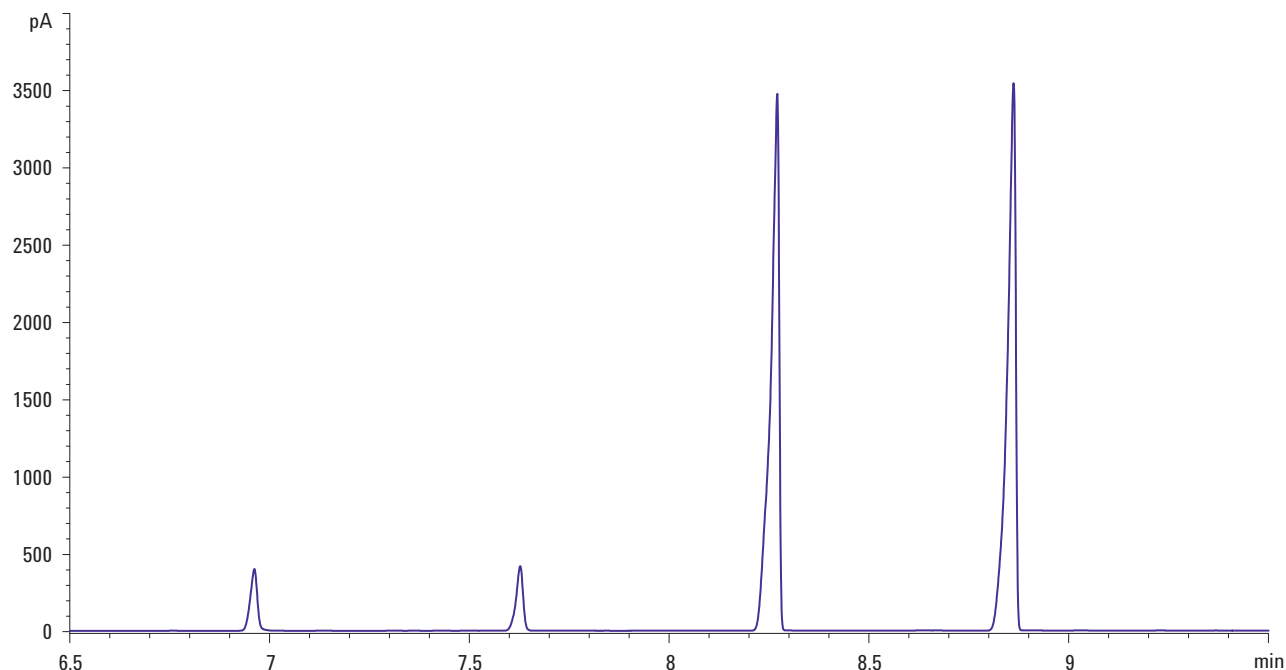


Figura 8 Picchi dell'analita con un'iniezione da 10 μL

La [Tabella 3](#) mostra il recupero dall'analisi iniziale splitless a caldo. I recuperi dello scarico del solvente a 10 μL sono leggermente inferiori rispetto all'analisi a 5 μL indicati nella [Tabella 2](#). È confermato dal recupero di solvente inferiore. Per migliorare tale risultato, la temperatura dell'iniettore può essere abbassata mantenendo tuttavia inalterati tutti gli altri parametri oppure riducendo leggermente il tempo di scarico. In entrambi i casi rimarrebbe disponibile un quantitativo di solvente maggiore per intrappolare il C13. Di questi due approcci, l'abbassamento della temperatura dell'iniettore contribuisce con maggiore facilità a intrappolare il primo analita che eluisce.

Tabella 3 Recupero dall'analisi iniziale splitless a caldo

Modalità iniettore	Area solvente	Area C13	Area C14	Area C15	Area C16
Splitless a caldo 1 μL	17113114	56	56	555	554
Scarico solvente 10 μL	59579040	261	268	2622	2596
Recupero scarico solvente	35%	88%	91%	92%	94%

Il sistema più semplice per incrementare i volumi di iniezione è aumentare proporzionalmente i tempi di scarico. Utilizzare il calcolatore per l'eliminazione del solvente per conoscere i dettagli di questo rapporto. Per un'iniezione da 50 µL, è necessario un tempo di scarico di 0,75 minuti. Sotto sono indicati i parametri per l'iniezione del campione FID MDL. Per evitare di sovraccaricare la colonna, il campione FID MDL è stato diluito in isottano (1:10).

MMI

Modalità	Scarico solvente
Temperatura iniettore	60 °C
Tempo iniziale	0,75 min
Velocità 1	720 °C
Temperatura finale	250 °C
Tempo finale	5 min
Flusso scarico	100 mL/min
Pressione scarico	5 psig
Tempo scarico	0,75 min
Tempo spurgo	3,25 min
Flusso spurgo	60 mL/min
Spurgo setto	3 mL/min

Ne risulta il cromatogramma indicato nella [Figura 9](#). Le forme del picco sono ovviamente distorte poiché alla colonna è stato trasferito un quantitativo di solvente troppo elevato. Esistono diverse procedure per risolvere questo tipo di problema. Aumentando semplicemente il tempo di scarico si riduce il quantitativo di solvente in colonna. La [Figura 10](#) mostra il cromatogramma che si ottiene se si imposta un tipo di scarico di 0,90 minuti invece di 0,75 minuti. Le forme del picco migliorano in maniera sostanziale e tornano molto simili al cromatogramma a 5 µL illustrato nella [Figura 7](#). Per ridurre il quantitativo di solvente trasferito in colonna è inoltre possibile aumentare il flusso di scarico, diminuire la pressione di scarico oppure incrementare la temperatura dell'iniettore durante lo scarico. Tramite il calcolatore per l'eliminazione del solvente si può inoltre conoscere l'influenza dei parametri modificati sulla velocità di eliminazione. Esistono due altri approcci per migliorare il recupero dell'analita e la forma del picco. Tramite una colonna capillare è possibile rifocalizzare i picchi

dell'analita e migliorarne la forma. Un altro metodo prevede l'utilizzo di materiale di tenuta nel liner come lana di vetro o impaccamento. Il materiale all'interno del liner aiuta a trattenere gli analiti durante lo scarico del solvente e consente un trasferimento inferiore del solvente alla colonna. Se si utilizza un materiale di tenuta nel liner ricordarsi che esiste la possibilità di perdere degli analiti in seguito a un assorbimento irreversibile.

Per ulteriori informazioni e applicazioni del campione, consultare il sito Web di Agilent (<http://chem.agilent.com>).

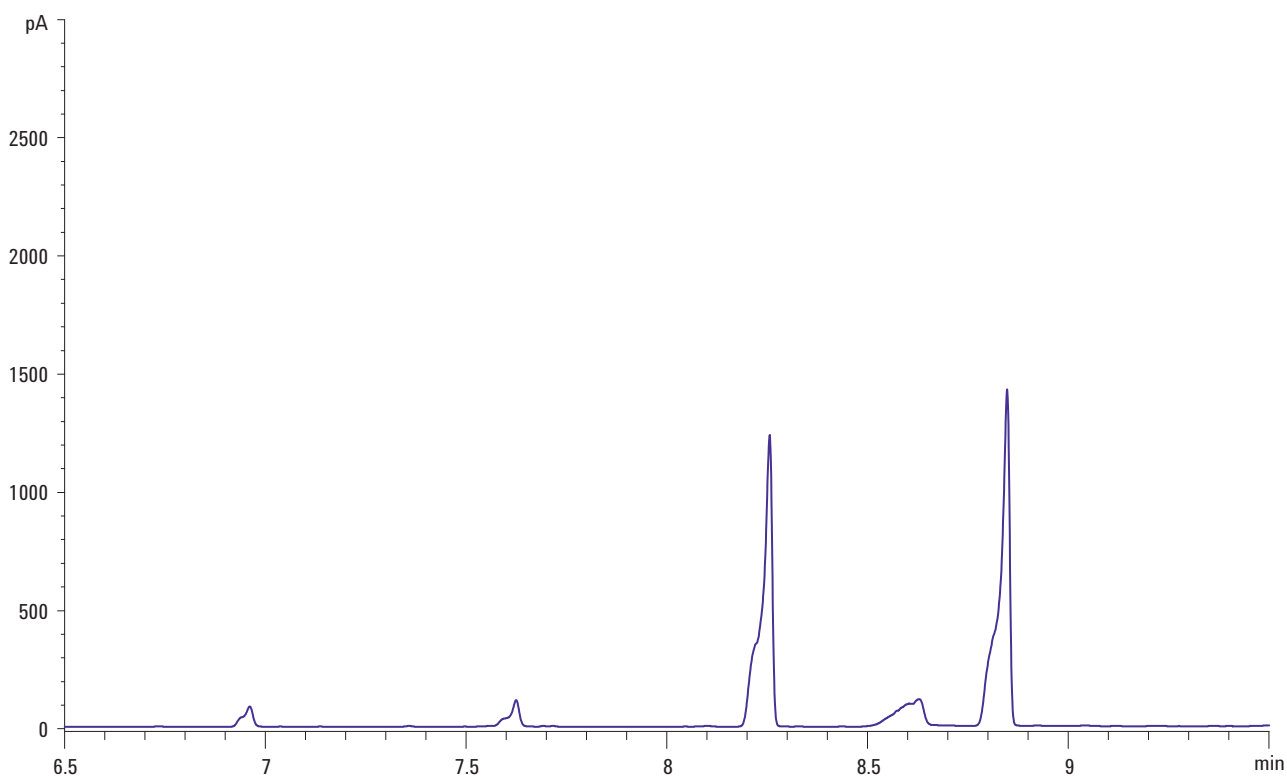


Figura 9 Campione FID MDL diluito in isotano (1:10)

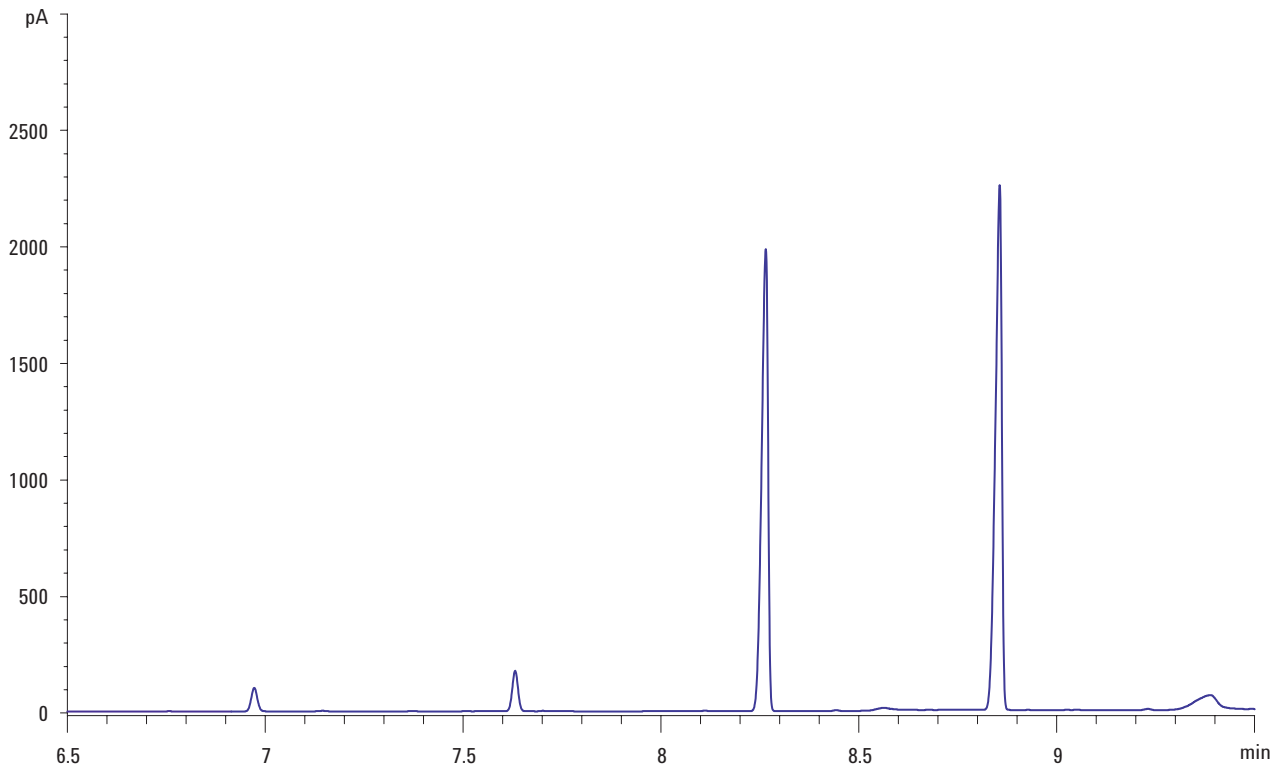


Figura 10 Cromatogramma risultante da un tempo di scarico di 0,90 minuti invece di 0,75

Si immagini che i primi analiti che eluiscono (C13 e C14 dal campione FID MDL) non siano stati recuperati a livello quantitativo. Il metodo più efficace per migliorare la ritenzione consiste nel ridurre la temperatura dell'iniettore iniziale. In questo modo si rallenta la velocità di perdita dell'analita durante lo scarico e nello stesso tempo si consente l'eliminazione del solvente. Per eliminare gran parte del solvente è tuttavia necessario aumentare il tempo di scarico. In genere si determina così il trasferimento di un maggiore quantitativo di solvente alla colonna.



Agilent Technologies

Informazioni sul documento

© Agilent Technologies, Inc. 2009

Nessuna sezione del presente manuale può essere riprodotta in qualsiasi forma o con qualsiasi mezzo (inclusa la memorizzazione in un sistema elettronico di reperimento delle informazioni o la traduzione in un'altra lingua) senza previo consenso scritto di Agilent Technologies, Inc. secondo quanto stabilito dalle leggi sul diritto d'autore in vigore negli Stati Uniti d'America e in altri Paesi.

Prima edizione, aprile 2009

Queste informazioni sono soggette a modifica senza preavviso.

Stampato negli U.S.A

Agilent Technologies, Inc.
2850 Centerville Road,
Wilmington, DE 19808-1610 USA

Codice del manuale

G3510-94020

Garanzia

Le informazioni contenute in questo documento sono fornite "come sono" e sono soggette a modifica senza preavviso nelle future edizioni. Nei limiti consentiti dalla legge, Agilent non concede alcuna garanzia, esplicita o implicita, relativamente a questo manuale e a qualsiasi informazione in esso contenuta, incluse tra l'altro le garanzie implicite di commerciabilità e di idoneità per uno scopo specifico. Agilent non sarà responsabile di eventuali errori presenti in questo manuale o di danni incidentali o conseguenti connessi alla fornitura, alle prestazioni o all'uso o di questo documento o di qualsiasi informazione in esso contenuta. In presenza di un accordo scritto stipulato a parte tra Agilent e l'utente, in cui siano previste condizioni di garanzia riguardanti le informazioni contenute in questo manuale in contrasto con le condizioni qui specificate, sono da ritenersi valide le condizioni di garanzia specificate nell'accordo.