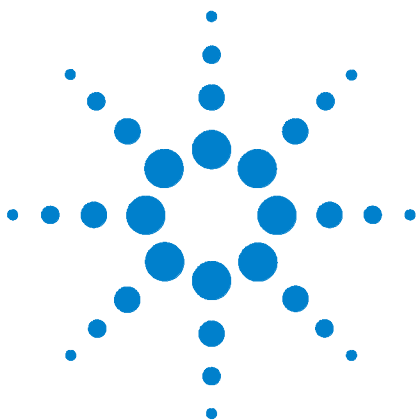




Inyección de grandes volúmenes

Tutorial para el inyector multimodo de Agilent (MMI)

Splitless caliente 2

Splitless en frío 4

Purga de disolvente 4

Tutorial 5

Cada vez más investigadores exploran técnicas de inyección de grandes volúmenes (LVI) para mejorar los análisis existentes. El enfoque tradicional de la inyección en la cromatografía de gas capilar, la mayoría de inyectores y columnas sólo pueden procesar uno o dos microlitros a la vez. Los intentos de incrementar el volumen de inyección conducen a picos de analito ampliados y distorsionados, colas de picos de disolventes que son grandes y largas, además de detectores saturados o dañados.

El deseo de incrementar el volumen de inyección tiene que ver normalmente con el objetivo de mejorar el análisis de trazas. Al introducir una muestra más rica en el sistema, la masa de analito que llega al detector también aumentará proporcionalmente, lo que tendrá como resultado áreas de pico más grandes y picos más altos. Si se mantiene el ruido de la línea base se mantiene constante, mayores alturas de picos significan relaciones señal/ruido mayores y límites más bajos de detección del sistema. Una ventaja adicional del LVI es su capacidad de reducir la cantidad de muestra procesada en un principio. Por ejemplo, supongamos que una muestra de agua contiene 1000 ng/L de sustancias contaminantes. Si el método actual extrae la sustancia contaminante y lo reconstituye en un mililitro de disolvente, la concentración de analito en el extracto será de 1000 ng/mL. Una inyección de un microlitro de este extracto coloca 1 ng en la columna. Ahora supongamos que el LVI permite un volumen de inyección de diez microlitros. El investigador podría entonces comenzar con 100 mL de muestra, extraer la sustancia con menos disolvente y reconstituirla en un mililitro. Una inyección de diez microlitros coloca 1 ng en la columna como antes, pero comienza con una muestra que es un orden de magnitud más pequeña (y lo más probable es que esto signifique un orden de magnitud menos disolvente para



la extracción). Otra ventaja de utilizar LVI es la reducción de la cantidad de disolvente que acaba llegando al detector. Normalmente sólo entre el 10% y el 30% del disolvente entra en la columna y llega hasta el detector.

LVI se puede aplicar a volúmenes de inyección que van desde unos pocos microlitros hasta un mililitro o más. En la mayoría de enfoques que utilizan LVI, se hace que se evapore el disolvente de la muestra y se elimina del sistema de inyector antes de transferir los analitos a la columna de separación. De esta manera LVI es un método parecido a la evaporación de nitrógeno o a la evaporación rotatoria del disolvente, con la ventaja añadida de que se realiza dentro del inyector del GC en vez de bajo una campana extractora. Los analitos que se hubieran perdido durante la evaporación del nitrógeno se pueden retener en el inyector y analizarse correctamente mediante el método LVI. Además, el proceso LVI se puede automatizar y se puede repetir. Al igual que en otras técnicas de evaporación, el enfoque LVI es una función del tipo de disolvente, la temperatura del inyector, el flujo de venteo del gas de evaporación y el punto de ebullición del analito. Además, la presión del inyector durante la evaporación y el liner del inyector afectan la velocidad de eliminación del disolvente y la recuperación del analito. Estos parámetros se describirán en más detalle en el tutorial.

Splitless caliente

En el caso de la mayoría de investigadores que están considerando el método LVI, sus métodos actuales se basan en la inyección splitless caliente. Este método de introducción de muestra demostrado y fiable ha funcionado bien durante casi 40 años; sin embargo, presenta algunos retos para la integridad de la muestra y para el desarrollador del método. Primeramente el inyector debe estar lo suficientemente caliente para poder vaporizar instantáneamente el disolvente y los analitos para que la nube vaporosa resultante se pueda transferir a la columna. El volumen del liner del inyector debe ser lo suficientemente grande como para poder contener esta nube de vapor. Si el volumen del liner es demasiado pequeño, puede que la muestra vaporizada salga del liner y alcance superficies reactivas, lo que tendría como consecuencia una pérdida de analitos. Además, la ola de presión generada por la muestra vaporizada puede que presione contra el gas portador de entrada y entre en sistemas de presión y de control de flujo

sensibles. Mediante una calculadora de presión/flujo de Agilent podemos ver que una inyección de un microlitro de acetona en un inyector a 240 °C y 14,5 psig se expande hasta los 288 µL de gas. La mayoría de liners de inyector para inyectores split/splitless estándar tienen un volumen nominal de un mililitro. Un incremento de volumen de inyección a sólo 3,5 µL bajo estas condiciones crea una nube de vapor de un mililitro que podría sobrepasar con facilidad el liner del inyector.

Las inyecciones splitless en caliente también crean un entorno complejo para los analitos térmicamente inestables. Los compuestos como los pesticidas organoclorados DDT y endrin pueden reagruparse para formar compuestos de descomposición. Este proceso se acelera con las temperaturas del inyector que se utilizan normalmente para analizarlos. La desactivación química efectiva del liner puede minimizar la descomposición de analitos. Sin embargo, altas temperaturas en el inyector pueden reducir la vida útil de los liners desactivados.

Otra complicación creada por la inyección splitless en caliente es la posibilidad de fraccionamiento de la aguja o la discriminación de analitos. La temperatura de la aguja incrementa a medida que se transfiere la muestra desde la jeringa al inyector porque la aguja se encuentra en contacto con el septum. La subida de la temperatura de la aguja puede provocar que el disolvente llegue a la ebullición y coloque analitos de alta ebullición dentro de la aguja. Para evitar este problema de fraccionamiento, algunos investigadores colocan primero un tapón para disolventes en la jeringa y después extraen el volumen de muestra que desean. La idea es que el tapón para el disolvente limpie los restos depositados en el inyector. Una manera efectiva de solventar este problema es realizar una inyección de alta velocidad. Esto hace que se reduzca el tiempo que la aguja entra en contacto con el septum y el tiempo durante el que la muestra está en contacto con la aguja. Incluso con estos problemas, se puede hacer que una inyección splitless en caliente funcione bien. Un enfoque alternativo, como el splitless en frío, puede resolver estos problemas y mejorar los resultados del análisis.

Splitless en frío

El inyector multimodo de Agilent (MMI) utiliza los mismos liners y consumibles que un inyector split/splitless estándar, lo que hace que sea compatible con métodos split/splitless en caliente. Sin embargo, la posibilidad de programar su temperatura permite que pueda realizar también análisis split/splitless en frío. En modo splitless en frío el MMI se enfría hasta una temperatura por debajo del punto de ebullición normal del disolvente de la muestra de forma que cuando se inyecta, no se produce ninguna vaporización. La inyección es simplemente una transferencia líquida desde la jeringa hasta el inyector. Una vez se ha sacado la jeringa del inyector, se calienta el inyector para vaporizar la muestra y transferirla a la columna. Primero se vaporiza el disolvente y se desplaza hasta la columna, lo que permite que tenga lugar la concentración de analitos tal como es el caso en las inyecciones splitless en caliente normales. A continuación los analitos se vaporizan y se desplazan hasta la columna. La ventaja principal es que los analitos se vaporizan a la temperatura de inyector más baja posible en vez de a una temperatura alta constante, lo que minimiza la degradación térmica mientras que a la vez sigue permitiendo que una amplia gama de analitos se puedan vaporizar. Las operaciones splitless en frío no estresan térmicamente el liner tanto como lo hace una splitless en caliente, lo que permite incrementar su vida útil. En algunos casos el splitless en frío también extiende la cantidad de muestra que se puede inyectar. Si se utiliza un programa de temperatura de inyector lento, se puede hacer que el disolvente se vaporice lentamente y así no sobrepasar el volumen del liner. Mientras se puedan volver a concentrar los analitos en la columna, los programas de temperatura de inyector lentos no provocan efectos perjudiciales para la cromatografía.

Purga de disolvente

El modo de purga de disolvente es la manera en que el MMI puede realizar el método LVI. En modo de purga de disolvente, el inyector se mantiene a una temperatura inicial baja durante la aplicación de la muestra. Neumáticamente el inyector se encuentra en modo split con una presión de inyector baja. El flujo de gas a través del liner del inyector y hacia fuera elimina el disolvente que se evapora. Se inyecta la muestra para que el líquido entrante se deposite en la pared del liner y el disolvente se evapore a un ritmo

parecido. Una vez se ha inyectado la muestra completa, el inyector pasa a modo splitless para poder realizar una transferencia de analitos. Entonces se calienta el inyector para vaporizar la muestra concentrada y el disolvente que quede para transferirlas a la columna. Tras un periodo suficiente que asegure que se haya transferido la muestra, el inyector pasa a modo de purga para eliminar el material que quede en el liner del inyector. Durante la inyección de la muestra y la purga del disolvente, el horno del GC se mantiene a una temperatura apropiada para permitir que el disolvente concentre los analitos en la columna. Cuando ha finalizado la concentración, se programa el horno para que realice la separación.

Tutorial

Puede elegir utilizar un método splitless en caliente actual para seguir este tutorial o la muestra que se incluía con su instrumento. El tutorial utilizará la muestra MDL del Detector de ionización de llama (FID) (número de referencia 5188-5372) para demostrar el proceso de desarrollo del método. Esta muestra contiene cuatro hidrocarburos (C13, C14, C15 y C16) en isooctanos. La detección de ionización de llama se utiliza porque muestra mejor el comportamiento LVI para analitos que eluyen cerca del disolvente y el disolvente en sí.

Paso 1: Splitless en caliente

Para calibrar su sistema para los cálculos de recuperación, necesitará ejecutar su método actual. Para el primer paso, sólo tiene que ejecutar la muestra mediante el método splitless en caliente actual o utilizar las condiciones inferiores para la mezcla alcalina MDL de FID.

Columna y muestra

Tipo	HP-5, 30 m x 0,32 mm x 0,25 µm (19091J-413)
Muestra	FID MDL Checkout (5188-5372)
Flujo de columna	4 mL/minuto
Modo de columna	Flujo constante

MMI

Modo	Splitless
Temperatura de inyector	250 °C
Tiempo inicial	5 minutos
Velocidad 1	0 °C/minuto
Tiempo de purga	2 minutos
Flujo de purga	60 mL/minuto
Purga de septum	3 mL/minuto

FID

Temperatura	300 °C
Flujo de H ₂	30 mL/minuto
Flujo de aire	400 mL/minuto
Flujo de gas auxiliar (N ₂)	25 mL/minuto
Desviación de encendido	Normalmente 2 pA

Horno

Temperatura inicial	50 °C
Tiempo inicial	2 minutos
Velocidad 1	20 °C/minuto
Temperatura final	200 °C
Tiempo final	0 minuto

Horno

Lavados con muestras	2
Bombeos de muestra	6
Volumen de inyección	1 µL
Tamaño de jeringa	10 µL
Lavados de disolvente pre-inyección A	3

Horno (Continued)

Lavados de disolvente pre-inyección B	3
Lavados de disolvente post-inyección A	3
Lavados de disolvente post-inyección B	3
Retardo de viscosidad	0
Velocidad de émbolo	Rápida
Tiempo de parada pre-inyección	0
Tiempo de parada post-inyección	0

Sistema de datos

Velocidad de los datos	20 Hz
------------------------	-------

Es una buena idea ejecutar la muestra 2-3 veces para obtener una media de las áreas de picos. [Figura 1](#) muestra los resultados típicos para la muestra MDL de FID bajo estas condiciones.

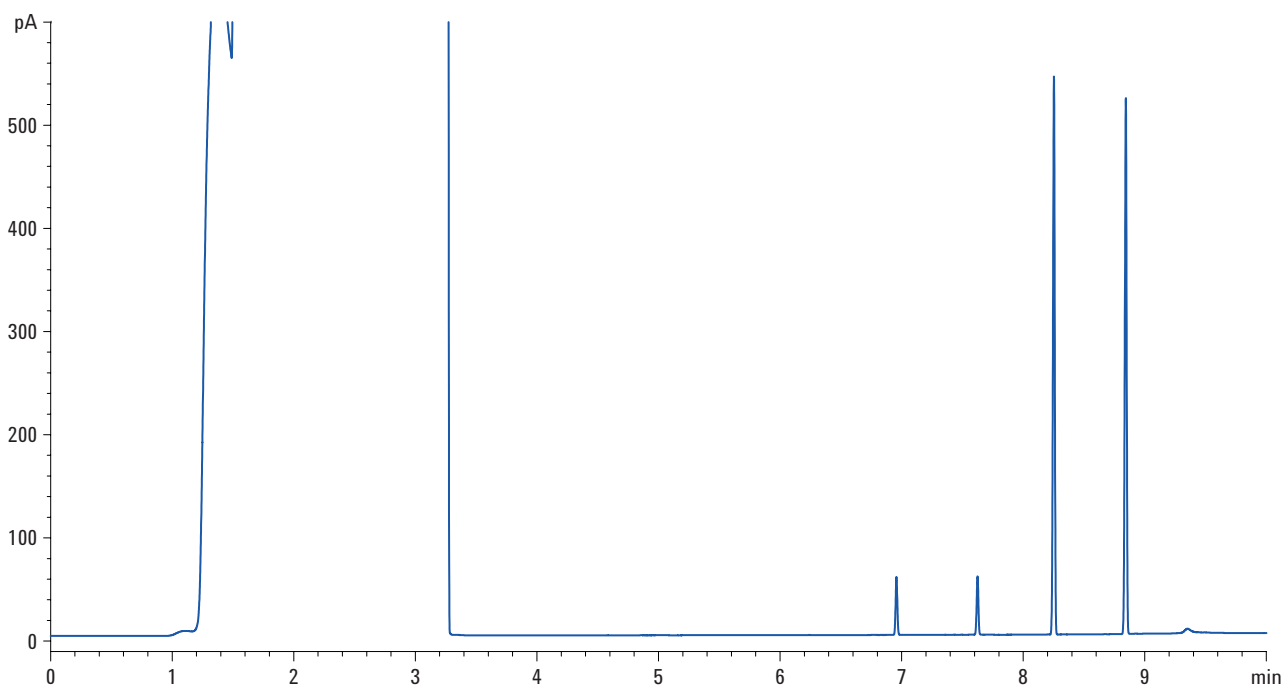


Figura 1 Resultados de muestra MDL de FID splitless en caliente habituales

Paso 2: Splitless en frío

Para realizar un análisis splitless en frío, deberá modificar la temperatura del inyector. Establezca la temperatura inicial del inyector en 5-10 °C por debajo del punto de ebullición normal del disolvente que utilizará para la muestra.

Mantenga esta temperatura durante 0,1 minutos y después programe el inyector a 720 °C/minuto hasta la temperatura para el método splitless en caliente. Vea a continuación las condiciones para el método MDL de FID (sólo damos las condiciones para MMI, el resto es igual que en el caso del splitless en caliente).

MMI

Modo	Splitless
Temperatura de inyector	90 °C
Tiempo inicial	0,1 minutos
Velocidad 1	720 °C
Temperatura final	250 °C
Tiempo final	5 minutos

MMI (Continued)

Tiempo de purga	2 minutos
Flujo de purga	60 mL/minuto
Purga de septum	3 mL/minuto

Compare las áreas de pico, el ancho de los picos y las formas de los picos de los modos splitless en caliente y en frío. [Figura 2](#) muestra los resultados splitless en frío típicos para una muestra MDL de FID. Para esta muestra los resultados son prácticamente idénticos entre splitless en caliente y en frío.

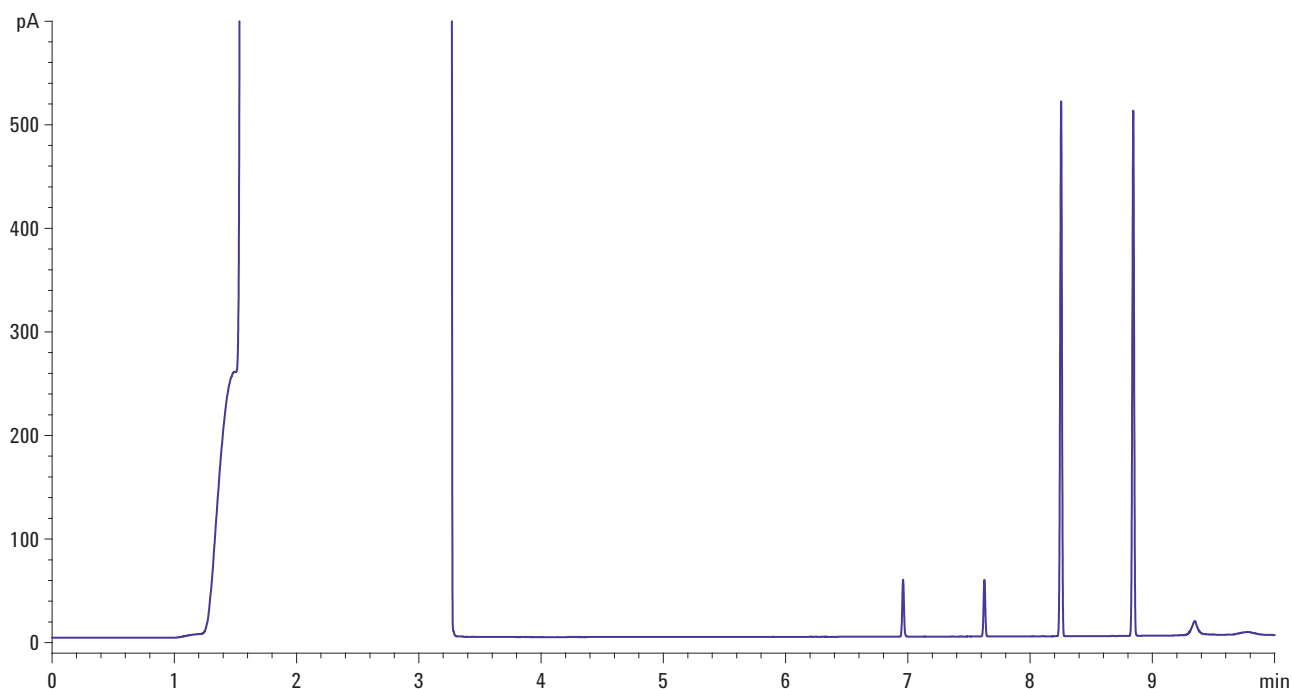


Figura 2 Resultados de muestra MDL de FID splitless en frío habituales

Paso 3: Purga de disolvente

A continuación cambie el modo del MMI a Solvent Vent (purga de disolvente). Fíjese que aparecerá el botón **Calculadora de eliminación de disolvente** ([Figura 3](#)).

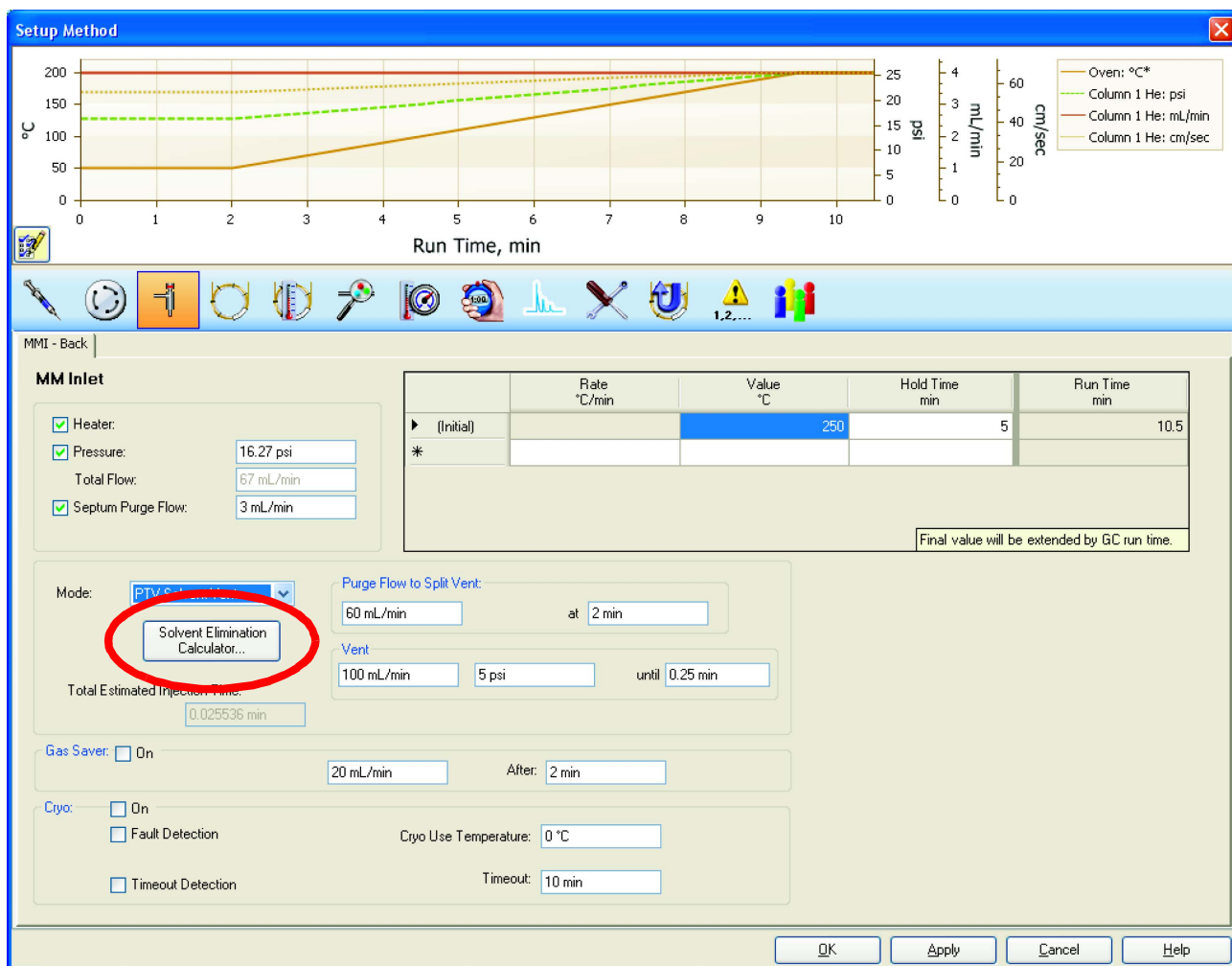


Figura 3 Acceso a la Calculadora de eliminación de disolvente

Esta calculadora se ha diseñado para ayudarle a determinar las condiciones de inicio razonables para el método LVI. Haga clic en el botón **Calculadora de eliminación de disolvente** para iniciar la calculadora. En la primera pantalla (Figura 4) se le pedirá algo de información. Debe poder indicar el disolvente para la muestra y el volumen de inyección deseado. La calculadora sabe qué jeringa se encuentra instalada en ese momento y sólo permitirá inyectar el 50% del volumen. Si pide más, la calculadora le avisará de que el sistema no puede realizar la inyección y le dará a escoger entre otras opciones. El tercer dato que debe introducir es el punto de ebullición del analito que se eluye primero. Si lo conoce, seleccione la temperatura que se acerque más al valor; en caso contrario, déjelo en 150 °C, ya que esto

permitirá retener una amplia gama de analitos. Para la muestra MDL de FID, establezca el disolvente en isooctanos, el volumen de inyección en 5 µL y el punto de ebullición en 200 °C. Haga clic en **Siguiente** para ir a la pantalla de la calculadora.

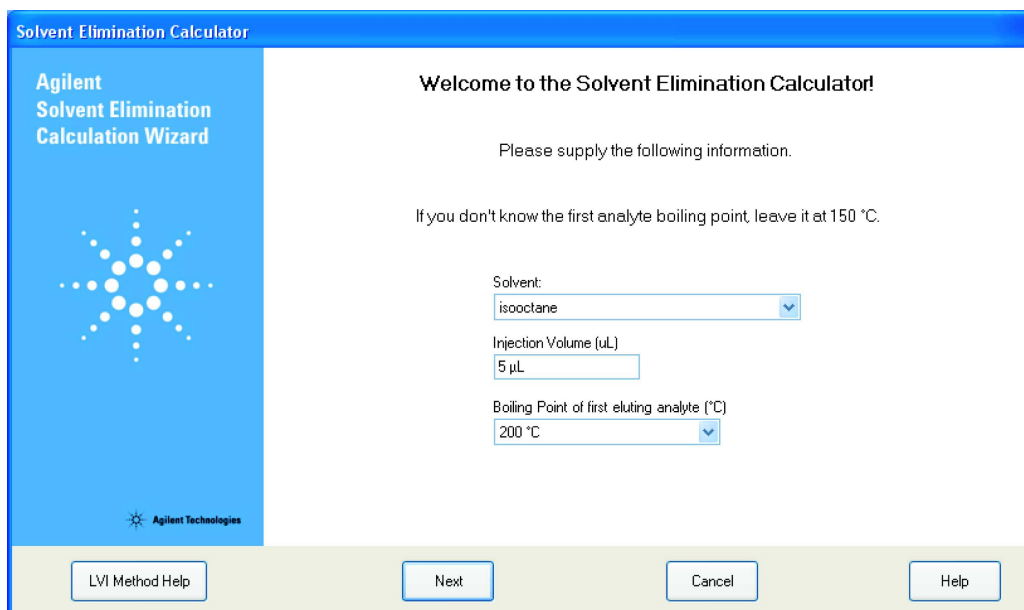


Figura 4 Calculadora de eliminación de disolvente

Figura 5 muestra pantalla de cálculo. Utilizando la información que ha introducido, la calculadora utiliza un conjunto de condiciones de instrumento iniciales para determinar la velocidad de eliminación de disolvente según la teoría fundamental. Esta "velocidad de eliminación" no tiene en cuenta otros factores específicos al LVI y normalmente es demasiado rápida en comparación a la experiencia práctica. La "velocidad de inyección recomendada" no tiene en consideración estos factores y está pensada para dejar un pequeño resto de disolvente en el liner al finalizar el periodo de purga. Este disolvente sirve como "trampa" líquida para los analitos más volátiles y ayuda a que se recuperen. El "tiempo de purga recomendado" se determina mediante la división del volumen de inyección entre la "velocidad de inyección recomendada".

NOTA

Para más información, consulte la ayuda para el método LVI en el software de control del instrumento.

Solvent Elimination Calculator

Agilent Solvent Elimination Calculation Wizard

Calculated values will change each time an input parameter is modified.

Elimination Rate (µL/min) 137.64 Suggested Injection Rate (µL/min) 68.82 Suggested Vent Time (min) 0.07

Inlet Temperature (°C) 60 Vent Pressure (gauge) 5.000 ☐ kPa
 Vent Flow (mL/min) 100 Outlet Pressure (gauge) 0.000 ☒ psi
 Injected Volume (µL) 5.0 Solvent isooctane ☐ bar

LVI Method Help Previous Next Cancel Help

Figura 5 Variables de la Calculadora de eliminación de disolvente

Las variables para la determinación de la velocidad de eliminación las puede establecer el usuario en la parte inferior de la ventana. Para ilustrar cómo interactúan estos parámetros, pruebe los cambios siguientes (marcados en **rojo**) y registre el valor de "velocidad de eliminación" en [Tabla 1](#).

Tabla 1 Hoja de trabajo de la velocidad de eliminación

Temperatura del inyector (°C)	Flujo de purga (mL/minuto)	Volumen de inyección (µL)	Presión de purga (psig)	Presión de salida (psig)	Disolvente	Velocidad de eliminación (µL/minuto)
60	100	5	5	0	Isooctanos	137,64
40	100	5	5	0	Isooctanos	
60	50	5	5	0	Isooctanos	
60	100	5	2	0	Isooctanos	
60	100	5	5	2	Isooctanos	
60	100	5	5	0	Hexano	

Tenga en cuenta que un pequeño cambio en la temperatura del inyector tiene un efecto importante en la velocidad de eliminación. El flujo de purga tiene un efecto lineal por el

que una reducción por un factor de dos en el flujo de purga significa una reducción en la misma medida en la velocidad de eliminación. A medida que baja la presión de la válvula, la velocidad de eliminación también baja. Tenga en cuenta que la presión de la válvula también afecta cuánto disolvente llega a la columna durante la purga. A medida que se incrementa la presión de la válvula de purga, se carga más disolvente en la columna antes de transferir los analitos. Finalmente el tipo de disolvente, específicamente su punto de ebullición normal, afecta considerablemente la velocidad de eliminación.

Para continuar con el tutorial, modifique los valores de la calculadora de forma que tenga los que se muestra en [Figura 5](#) y a continuación. Haga clic en **Siguiente** para pasar a la pantalla de cambios de método ([Figura 6](#)).

MMI

Modo	Purga de disolvente
Temperatura de inyector	60 °C
Tiempo inicial	0,07 minuto
Velocidad 1	720 °C
Temperatura final	250 °C
Tiempo final	5 minutos
Flujo de purga	100 mL/minuto
Presión de la válvula de purga	5 psig
Tiempo de purga	0,07 minutos
Tiempo de purga	2,57 minutos
Flujo de purga	60 mL/minuto
Purga de septum	3 mL/minuto

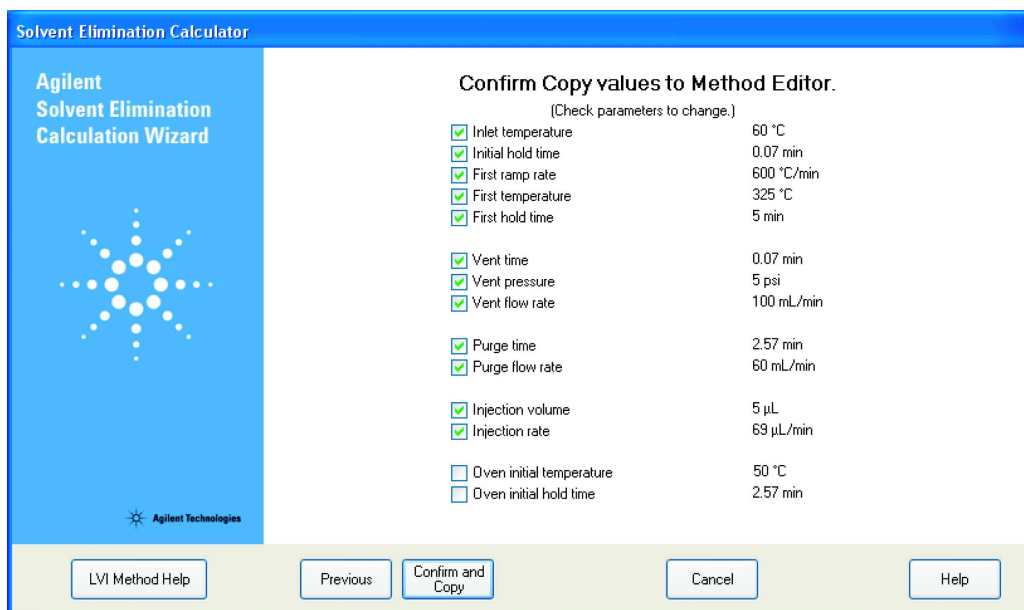


Figura 6 Cambios de método para descargar en el Editor de métodos (Calculadora de eliminación de disolvente)

Esta pantalla muestra todos los cambios de método que se descargarán en la pantalla Editar parámetros. Puede aceptar o rechazar cada uno de estos parámetros. La temperatura y tiempos de retención iniciales del horno no se comprueban automáticamente en el caso de que su método requiera que estos valores se mantengan constantes (por ejemplo en el caso de utilizar un método de bloqueo del tiempo de retención). Para la muestra MDL de FID, haga clic en **Confirmar y copiar** y después en **Ok** en la pantalla Editar parámetros.

Ejecute el análisis y compare las áreas de pico entre esta ejecución y el análisis splitless en caliente original. [Figura 7](#) muestra una superposición de estas dos ejecuciones. La traza roja es el resultado de inyección splitless en caliente original y la azul es el resultado de purga de solvente.

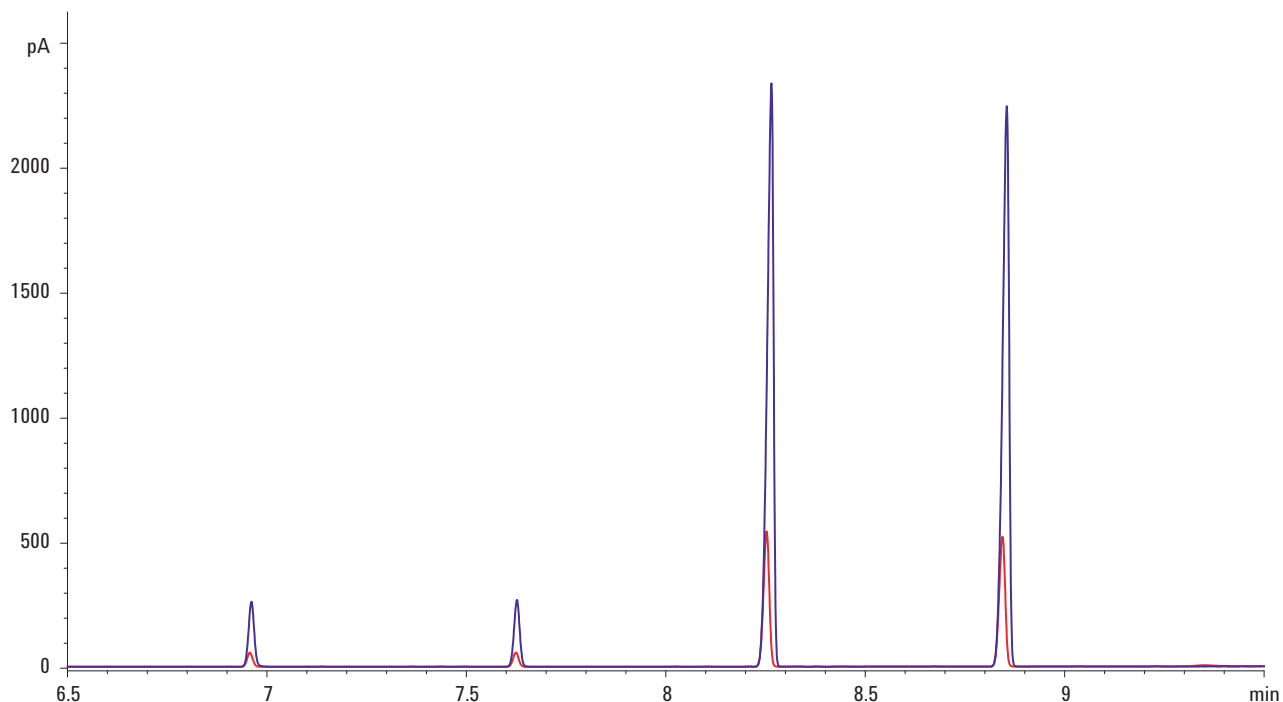


Figura 7 Superposición del resultado de inyección splitless en caliente original y el resultado de purga de disolvente

[Tabla 2](#) compara las áreas de pico resultantes para las dos ejecuciones. La anchura de pico para los analitos es esencialmente la misma en ambas ejecuciones. El resultado es que los picos son cinco veces más altos y muestran un incremento de un factor de cinco en la relación señal/ruido.

Tabla 2 Las áreas de pico resultantes para las ejecuciones splitless en caliente y purga de disolvente

Modo de inyector	Área de disolvente	Área C13	Área C14	Área C15	Área C16
Splitless en caliente de 1 µL	17113114	56	56	555	554
Purga de disolvente de 5 µL	36859256	261	268	2622	2596
Recuperación de la purga de disolvente	44%	93%	96%	94%	94%

En [Tabla 2](#) la recuperación de la purga de disolvente se calculó dividiendo las áreas de ejecución de purga de disolvente entre las áreas de splitless en caliente multiplicadas por cinco. Para los analitos, las recuperaciones son cerca del 100% y son prácticamente idénticos, lo que indica que las condiciones de purga de disolvente muestran una mejora de un factor de cinco en límites de detección de instrumento. Fíjese en que la recuperación de disolvente es de sólo un 44%. Esto significa que de la inyección de muestra de 5 µL sólo 2,2 µL entraron en la columna.

Amplíemos esto a volúmenes de inyección mayores. Instale una jeringa más grande en el inyector automático, por ejemplo de 25 o 50 µL. Incremente el volumen de inyección a 10 µL y utilice la Calculadora de eliminación de disolvente para determinar las condiciones iniciales. Para la muestra MDL de FID, las condiciones MMI ahora son:

MMI

Modo	Purga de disolvente
Temperatura de inyector	60 °C
Tiempo inicial	0,15 minuto
Velocidad 1	720 °C
Temperatura final	250 °C
Tiempo final	5 minutos
Flujo de purga	100 mL/minuto
Presión de la válvula de purga	5 psig
Tiempo de purga	0,15 minutos
Tiempo de purga	2,65 minutos
Flujo de purga	60 mL/minuto
Purga de septum	3 mL/minuto

[Figura 8](#) muestra una imagen de cerca de los picos de analito con una inyección de 10 µL. Los primeros dos picos son todavía bastante simétricos, pero los dos últimos picos muestran claramente una caída hacia delante. Esto es debido en parte a la sobrecarga de columna y a la cantidad de disolvente transferido a la columna.

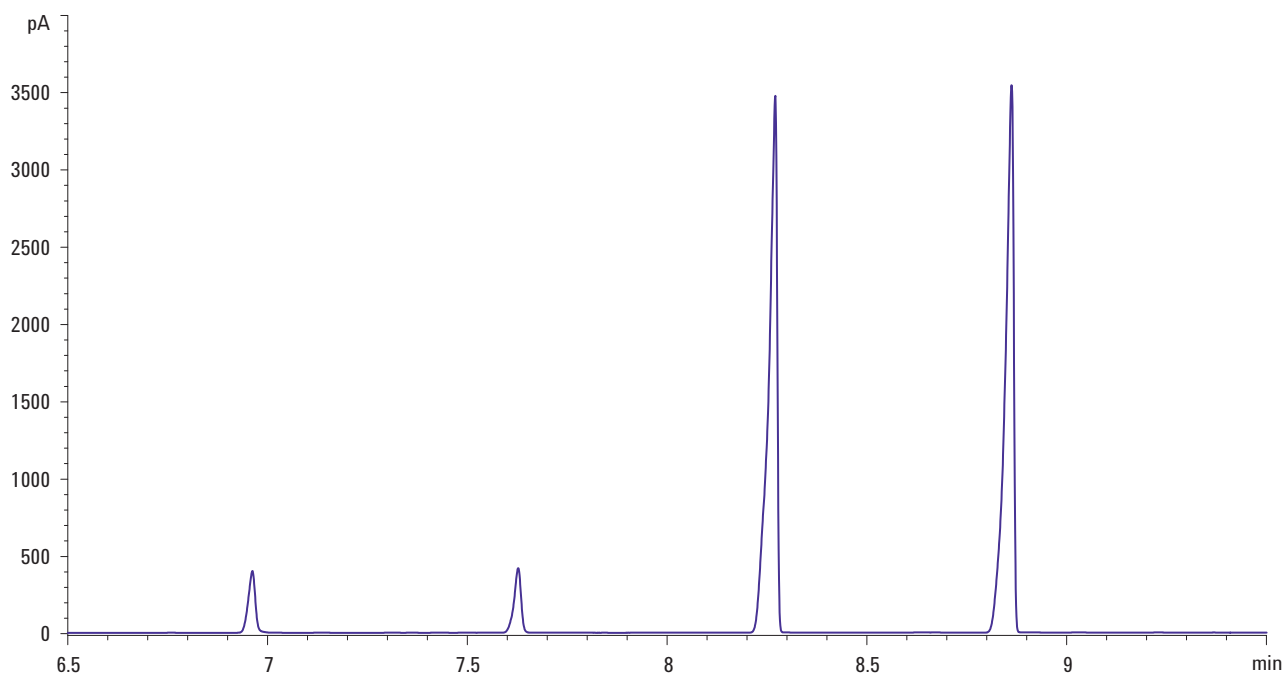


Figura 8 Picos de analito con una inyección de 10 μL

[Tabla 3](#) muestra la recuperación a partir de la ejecución splitless en caliente inicial. Fíjese como las recuperaciones de purga de disolvente de 10 μL son algo menores que la purga de disolvente de 5 μL que se muestra en [Tabla 2](#). Esto viene confirmado por la recuperación más baja de disolvente. Para mejorar esto, se puede rebajar la temperatura del inyector mientras se mantienen iguales los demás parámetros o bien acortando ligeramente el tiempo de purga. En ambos casos se dejaría atrás más disolvente para ayudar a atrapar el C13. En los dos enfoques, la temperatura del inyector tiene un efecto mayor en atrapar los analitos que se eluyen primero.

Tabla 3 Recuperación a partir de la ejecución splitless en caliente inicial

Modo de inyector	Área de disolvente	Área C13	Área C14	Área C15	Área C16
Splitless en caliente de 1 μL	17113114	56	56	555	554
Purga de disolvente de 10 μL	59579040	261	268	2622	2596

Tabla 3 Recuperación a partir de la ejecución splitless en caliente inicial (Continued)

Modo de inyector	Área de disolvente	Área C13	Área C14	Área C15	Área C16
Recuperación de la purga de disolvente	35%	88%	91%	92%	94%

Para pasar a volúmenes de inyección mayores, la manera más fácil es incrementar el tiempo de purga proporcionalmente. Puede utilizar la Calculadora de eliminación de disolvente para explorar esta relación. Para una inyección de 50 µL hace falta un tiempo de purga de 0,75 minutos. A continuación damos los parámetros de inyección para la muestra MDL de FID. Para evitar sobrecargar la columna, la muestra de MDL de FID se ha diluido a 1:10 en isooctanos.

MMI

Modo	Purga de disolvente
Temperatura de inyector	60 °C
Tiempo inicial	0,75 minuto
Velocidad 1	720 °C
Temperatura final	250 °C
Tiempo final	5 minutos
Flujo de purga	100 mL/minuto
Presión de la válvula de purga	5 psig
Tiempo de purga	0,75 minutos
Tiempo de purga	3,25 minutos
Flujo de purga	60 mL/minuto
Purga de septum	3 mL/minuto

El cromatograma resultante se muestra en [Figura 9](#). Las formas de pico están claramente distorsionadas, que es consecuencia de transferir demasiado disolvente a la columna. Puede resolver este tipo de problema de varias maneras. Simplemente incrementando todavía más el tiempo de purga podrá reducir la cantidad de disolvente en la columna. [Figura 10](#) muestra el cromatograma resultante con

un tiempo de purga de 0,90 minutos en vez de 0,75 minutos. Las formas de pico mejoran considerablemente y son muy parecidas al cromatograma de 5 μ L que se muestra en [Figura 7](#). Otros enfoques para reducir la cantidad de disolvente que se transfiere a la columna incluyen incrementar el flujo de purga, reducir la presión de la válvula de purga o incrementar la temperatura del inyector durante el periodo de purga. La Calculadora de eliminación de disolvente le puede mostrar hasta qué punto afectará a la velocidad de eliminación un cambio en los parámetros. Dos enfoques adicionales también le pueden ayudar a mejorar la recuperación de analitos y la forma de los picos. Mediante una precolumna puede concentrar los picos de analitos y mejorar la forma del pico. Un segundo método es incluir material de retención en el liner, tal como lana de vidrio o material de empaquetar. El tejido en el liner ayuda a retener los analitos durante la purga de disolvente y permite que se transfiera menos disolvente a la columna. Cuando utilice tejido de retención en el liner, debe tener en cuenta de que se pierden analitos debido a una absorción que es irreversible.

Para más información y aplicaciones de muestra, consulte el sitio web de Agilent (<http://chem.agilent.com>).

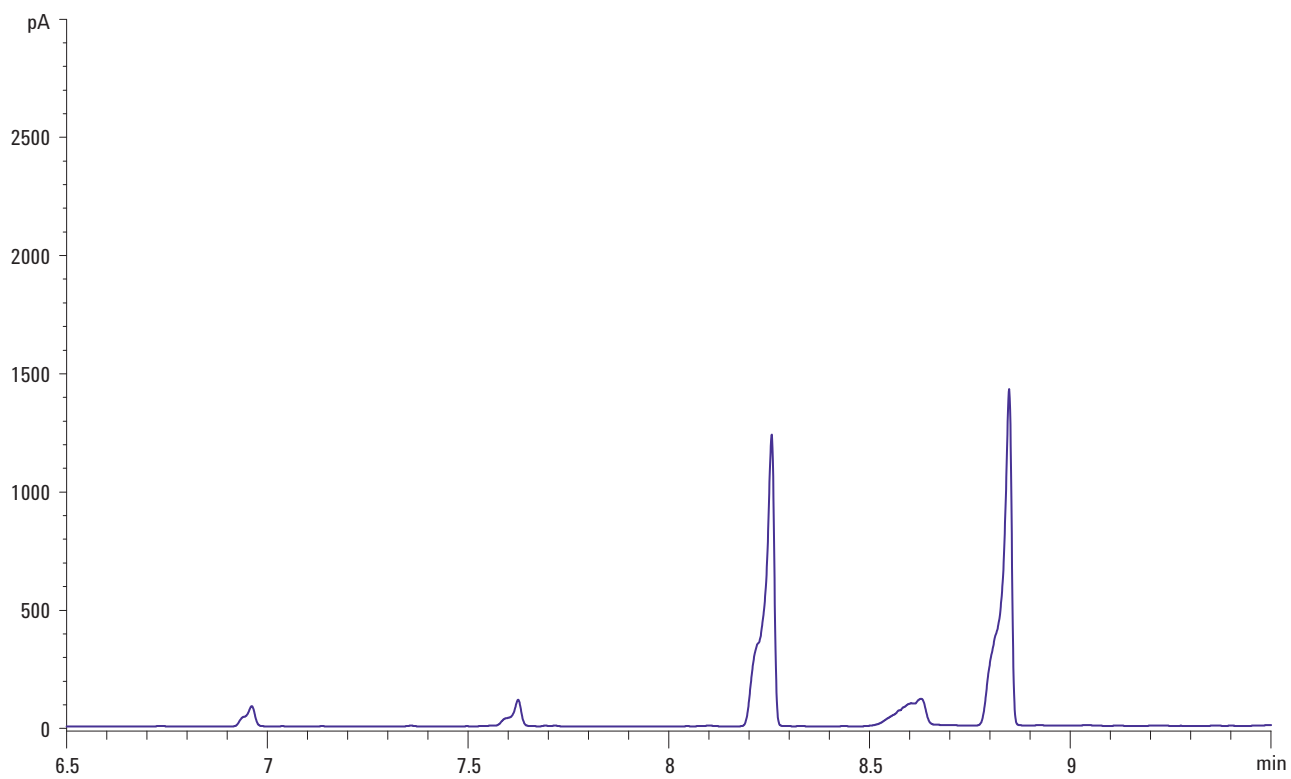


Figura 9 Muestra MDL de FID diluida en 1:10 en isooctanos

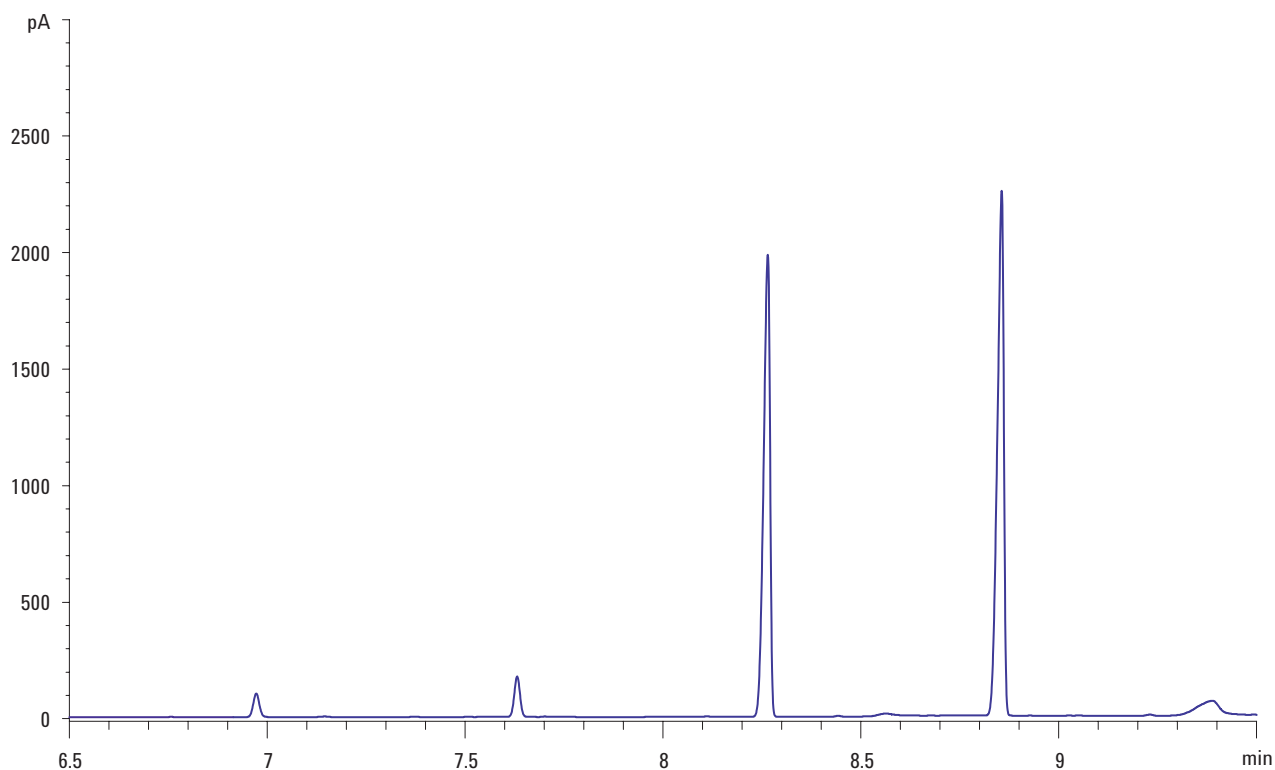


Figura 10 Cromatograma resultante con un tiempo de purga de 0,90 minutos en vez de 0,75 minutos

Supongamos que los analitos que se eluyeron al principio (C13 y C14 de la muestra MDL de FID) no se recuperaron cuantitativamente. Para mejorar su retención, el método más efectivo es el de rebajar la temperatura inicial del inyector. Esto hace que rebaje el ritmo de pérdida de analitos durante la purga, a la vez que se permite eliminar el disolvente. Sin embargo, se necesita un tiempo de purga mayor para eliminar la mayoría de disolvente. Normalmente esto significa que se transferirá más disolvente a la columna.



Agilent Technologies

Avisos

© Agilent Technologies, Inc. 2009

No se permite la reproducción de parte alguna de este manual bajo cualquier forma ni por cualquier medio (incluyendo su almacenamiento y recuperación electrónicos y la traducción a idiomas extranjeros) sin el consentimiento previo por escrito de Agilent Technologies, Inc. según lo estipulado por las leyes de derechos de autor estadounidenses e internacionales.

Primera edición, abril del 2009

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.

Impreso en EE.UU.

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

Número de referencia del manual

G3510-95020

Garantía

El material contenido en este documento se proporciona “tal como es”, y está sujeto a modificaciones, sin previo aviso, en ediciones futuras. Además, en la medida que permita la ley aplicable, Agilent rechaza cualquier garantía, expresa o implícita, en relación con este manual y con cualquier información contenida en el mismo, incluyendo, pero no limitado a, las garantías implícitas de comercialización y adecuación a un fin determinado. En ningún caso Agilent será responsable de los errores o de los daños incidentales o consecuentes relacionados con el suministro, uso o desempeño de este documento o de cualquier información contenida en el mismo. En el caso de que Agilent y el usuario tengan un acuerdo escrito independiente con condiciones de garantía que cubran el material de este documento y que estén en conflicto con estas condiciones, prevalecerán las condiciones de garantía del acuerdo independiente.