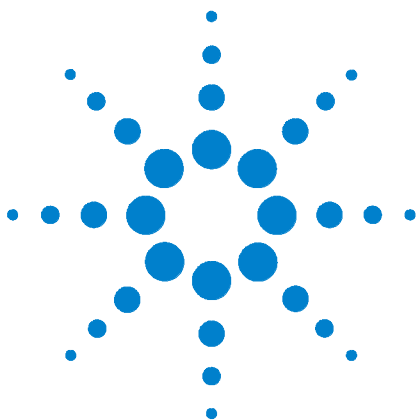




Injection à grand volume

Didacticiel pour l'injecteur multimode (MMI) Agilent

Injection chaude sans division 2

Injection froide sans division 3

Solvent Vent 4

Didacticiel 5

Un nombre croissant de chercheurs explorent les méthodes d'injection à grand volume (LVI) pour améliorer les analyses existantes. Avec des approches d'injection traditionnelle en chromatographie en phase gazeuse capillaire, la plupart des injecteurs et des colonnes ne peut accepter qu'un ou deux microlitres à la fois. Les tentatives d'augmentation du volume d'injection conduisent à des pics d'analyte élargis et distordus, à de grosses et longues traînées de pics de solvants et à des détecteurs saturés ou endommagés.

L'augmentation du volume d'injection est normalement motivée par l'amélioration des analyses de traces. En introduisant une plus grande quantité d'échantillon dans le système, la masse de l'analyte atteignant le détecteur augmentera proportionnellement, ce qui se traduira par des surfaces et des hauteurs de pics plus élevées. Si le bruit de la ligne de base est maintenu constant, des hauteurs de pic plus élevées impliquent des rapports signal/bruit plus importants et des limites de détection du système plus basses. Un autre avantage de la LVI est la possibilité de réduire la quantité d'échantillon traitée originalement. Par exemple, supposons un échantillon d'eau contenant 1000 ng/l de polluant. Si la méthode actuelle extrait le polluant et le reconstitue dans un millilitre de solvant, la concentration de l'analyte dans l'extrait est de 1000 ng/ml. Une injection d'un microlitre de cet extrait place 1 ng dans la colonne. Supposons à présent qu'une LVI permette un volume d'injection de dix microlitres. Le chercheur pourra commencer avec 100 ml d'échantillon, l'extraire avec moins de solvant et le reconstituer dans un millilitre. Une injection de dix microlitres place 1 ng dans la colonne comme avant, mais commence avec dix fois moins d'échantillon (et probablement, dix fois moins de solvant d'extraction). Un autre avantage de l'utilisation de la LVI est de diminuer la



quantité de solvant atteignant réellement le détecteur. Habituellement, seulement 10-30 % du solvant d'injection entrent réellement dans la colonne et atteignent le détecteur.

La LVI peut s'appliquer à des volumes d'injection s'étendant de quelques microlitres à un millilitre au moins. Dans la plupart des approches LVI, le solvant de l'échantillon est évaporé et retiré sélectivement du système d'injection avant que les analytes soient transférés à la colonne de séparation. De cette manière, la LVI est semblable à l'évaporation de l'azote ou à l'évaporation rotative du solvant, avec l'avantage supplémentaire d'être réalisée dans l'injecteur du CPG plutôt que dans une hotte aspirante. Les analytes qui seraient perdus pendant l'évaporation de l'azote peuvent être retenus dans l'injecteur et analysés avec succès à l'aide de la LVI. De plus, le processus de LVI peut être automatisé et est reproductible. Comme dans les autres techniques d'évaporation, l'approche LVI est une fonction du type de solvant, de la température de l'injecteur, du flux de fuite du gaz d'évaporation et du point d'ébullition de l'analyte. De plus, la pression de l'injecteur pendant l'évaporation et le manchon d'injecteur ont une influence sur la vitesse de retrait du solvant et sur la récupération de l'analyte. Ces paramètres seront décrits plus en détails dans ce didacticiel.

Injection chaude sans division

Les méthodes actuelles des chercheurs eu égard à la LVI consistent à utiliser l'injection chaude sans division. Cette méthode éprouvée et fiable d'introduction de l'échantillon a bien fonctionné pendant presque 40 ans. En revanche, elle présente quelques défis pour l'intégrité de l'échantillon et pour le développeur de méthodes. Tout d'abord, l'injecteur doit être suffisamment chaud pour vaporiser le solvant et les analytes de sorte que le nuage de vapeur résultant puisse être transféré à la colonne. Le volume du manchon d'injecteur doit être suffisamment important pour contenir ce nuage de vapeur. Si ce volume est trop faible, l'échantillon vaporisé peut quitter le manchon et atteindre des surfaces réactives, conduisant à une perte d'analyte. De plus, l'onde de pression générée par l'échantillon vaporisé peut repousser le gaz vecteur entrant et entrer dans les systèmes de régulation de pression et de débit. En utilisant le calculateur de pression et de débit Agilent, une injection d'un microlitre d'acétone dans un injecteur à 240 °C et à 14,5 psig se dilate jusqu'à 288 µl de gaz. La plupart des manchons des injecteurs standard avec ou sans division ont un volume

nominal d'un millilitre. Une augmentation du volume d'injection jusqu'à 3,5 μL seulement dans ces conditions crée un nuage de vapeur d'un millilitre qui pourrait facilement faire déborder le manchon d'injecteur.

L'injection chaude sans division crée aussi un environnement difficile pour les analytes thermiquement instables. Les composés, tels que les pesticides DDT organochlorés et endrines, peuvent se recombinaison pour former des composés de dissociation. Ce processus est accéléré avec les températures d'injecteur normalement utilisées pour les analyser. La désactivation chimique effective du manchon peut minimiser la dissociation des analytes. En revanche, les températures élevées des injecteurs peuvent réduire la durée de vie des manchons désactivés.

Un autre défi créé par l'injection chaude sans division est le risque de fractionnement de l'aiguille ou de résolution d'analyte. La température de l'aiguille augmente lorsque l'échantillon est en cours de transfert entre la seringue et l'injecteur parce que l'aiguille est en contact avec le septum. L'augmentation de la température de l'aiguille peut provoquer "l'ébullition" à distance du solvant et déposer des analytes d'ébullition à l'intérieur de l'aiguille. Pour éviter ce problème de fractionnement, certains chercheurs chargent d'abord un tampon de solvant dans la seringue et prélèvent ensuite le volume d'échantillon désiré. L'idée est que le tampon de solvant rincera tous les dépôts contenus dans l'injecteur. Un moyen efficace pour résoudre ce problème est d'effectuer une injection rapide. Cela réduit le temps pendant lequel l'aiguille est en contact avec le septum et le temps pendant lequel l'échantillon est en contact avec l'aiguille. Même avec ces contraintes, il est possible de faire en sorte que l'injection chaude sans division fonctionne bien. Une autre approche, telle que l'injection froide sans division, peut résoudre ces problèmes et améliorer les résultats d'analyse.

Injection froide sans division

L'injecteur multimode Agilent (MMI) utilise les mêmes manchons et les mêmes consommables que les injecteurs standard avec/sans division, ce qui le rend compatible avec les méthodes à injections chaudes avec et sans division. En revanche, sa programmabilité en température lui permet aussi bien de réaliser des analyses froides avec et sans division. En mode d'injection froide sans division, le MMI est

refroidi jusqu'à une température inférieure au point d'ébullition normal du solvant de l'échantillon, de sorte que lorsque l'échantillon est injecté, aucune vaporisation n'a lieu. L'injection est simplement un transfert de liquide entre la seringue et l'injecteur. Dès que la seringue se retire de l'injecteur, ce dernier est chauffé pour vaporiser l'échantillon et le transférer dans la colonne. Le solvant se vaporise d'abord et va dans la colonne, permettant de se concentrer sur les analytes comme lors des injections chaudes sans division. Les analytes se vaporisent ensuite et vont dans la colonne. Le principal avantage est que les analytes se vaporisent à la plus basse température d'injecteur possible, plutôt qu'à une température élevée constante, réduisant la dégradation thermique tout en permettant à une large gamme d'analytes de se vaporiser. Les injections froides sans division ne sollicitent pas thermiquement le manchon aussi sévèrement que le font les injections chaudes sans division, prolongeant du coup sa durée de vie. L'injection froide sans division peut aussi augmenter la quantité injectable de l'échantillon dans certains cas. Si un programme de basse température d'injection est utilisé, le solvant peut se vaporiser lentement et sans faire déborder le volume du manchon. Tant que les analytes peuvent être reconcentrés sans la colonne, les programmes de basse température d'injection ne provoquent aucun effet préjudiciable à la chromatographie.

Solvant Vent

Le mode solvant vent détermine la manière avec laquelle le MMI est en mesure d'effectuer une LVI. En mode solvant vent, l'injecteur est maintenu à une température initiale basse pendant l'application de l'échantillon.

Pneumatiquement, l'injecteur est en mode avec division avec une faible pression d'injection. Le flux de gaz à travers le manchon d'injecteur et s'échappant à l'extérieur élimine le solvant qui s'évapore. L'échantillon est injecté de sorte que le liquide entrant se dépose sur la paroi du manchon et que le solvant s'évapore à une vitesse similaire. Dès que l'échantillon a été injecté en totalité, l'injecteur passe en mode sans division pour transférer les analytes. L'injecteur est alors chauffé pour vaporiser l'échantillon concentré et tout reste de solvant et ils sont alors transférés vers la colonne. Après un laps de temps suffisant pour transférer l'échantillon, l'injecteur passe en mode de purge pour permettre aux substances restantes dans le manchon d'injecteur de s'éliminer avec les déchets. Pendant l'injection

de l'échantillon et l'élimination du solvant, le four du CPG a été maintenu à une température appropriée pour permettre au solvant de reconcentrer les analytes dans la colonne. Lorsque cette reconcentration est terminée, le four est alors programmé pour effectuer la séparation.

Didacticiel

Vous pouvez choisir d'utiliser une méthode réelle d'injection chaude sans division pour suivre ce didacticiel ou l'échantillon de vérification livré avec votre instrument. Le didacticiel utilisera l'échantillon de vérification de limite de détection de méthode (MDL) (Réf. 5188-5372) du détecteur à ionisation de flamme (DIF) pour illustrer le processus de développement de méthode. Cet échantillon contient quatre hydrocarbures (C13, C14, C15 et C16) dans de l'isooctane. La détection par ionisation de flamme est utilisée car elle va vous en montrer plus sur le comportement de la LVI pour les analytes qui éliminent soigneusement le solvant et sur le solvant lui-même.

Etape 1 - Injection chaude sans division

Afin d'étalonner votre système pour les calculs de récupération, vous devrez exécuter votre méthode réelle. Pour votre première étape, analysez simplement votre échantillon à l'aide de votre méthode existante d'injection chaude sans division ou utilisez les conditions ci-dessous pour le mélange d'alcanes MDL DIF.

Colonne et échantillon

Type	HP-5, 30 m x 0,32 mm x 0,25 µm (19091J-413)
Echantillon	Vérification MDL DIF (5188-5372)
Débit de la colonne	4 ml/min
Mode de colonne	Débit constant

MMI

Mode	Sans division
Température d'injecteur	250 °C
Temps initial	5 min

MMI (suite)

Vitesse 1	0 °C/min
Temps de purge	2 min
Débit de purge	60 ml/min
Purge du septum	3 ml/min

DIF

Température	300 °C
Débit H2	30 ml/min
Débit d'air	400 ml/min
Débit d'appoint (N2)	25 ml/min
Lit offset	2 pA nominaux

Four

Température initiale	50 °C
Temps initial	2 min
Vitesse 1	20 °C/min
Température finale	200 °C
Temps final	0 min

Four

Rinçages d'échantillon	2
Pompages d'échantillon	6
Volume d'injection	1 µl
Capacité de la seringue	10 µl
Rinçages avant injection solvant A	3
Rinçages avant injection solvant B	3
Rinçages après injection solvant A	3

Four (suite)

Rinçages après injection solvant B	3
---------------------------------------	---

Retard de viscosité	0
---------------------	---

Vitesse du piston	Rapide
-------------------	--------

Délai d'inactivité avant injection	0
---------------------------------------	---

Délai d'inactivité après injection	0
---------------------------------------	---

Système de données

Fréquence d'échantillonnage	20 Hz
--------------------------------	-------

Vous pouvez souhaiter analyser l'échantillon 2 ou 3 fois pour obtenir une moyenne des surfaces des pics. La [Figure 1](#) illustre les résultats typiques pour l'échantillon MDL DIF dans ces conditions.

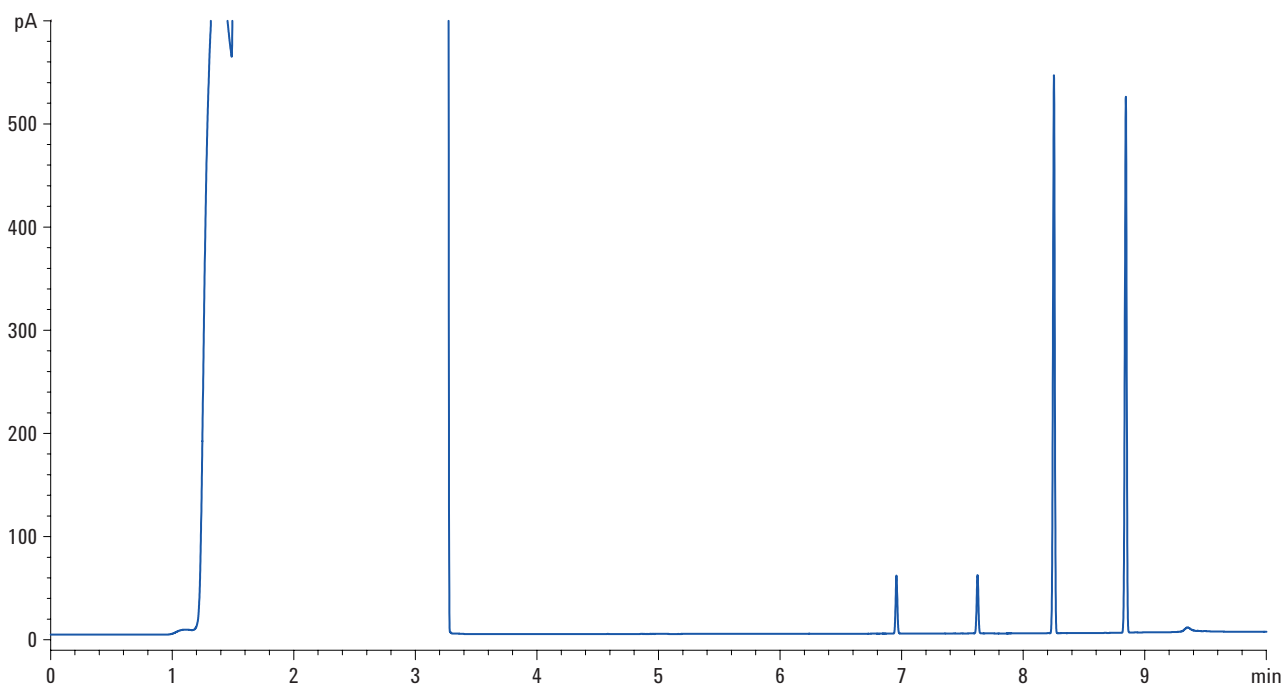


Figure 1 Résultats typiques de l'échantillon MDL DIF en injection chaude sans division

Etape 2 - Injection froide sans division

Pour réaliser une analyse par injection froide sans division, vous devrez modifier la température de l'injecteur. Réglez la température initiale de l'injecteur à 5-10 °C en dessous du point d'ébullition normal du solvant de votre échantillon. Maintenez cette température pendant 0,1 minute, puis programmez la croissance de la température de l'injecteur à 720 °C/min jusqu'à la température de l'injecteur pour la méthode d'injection chaude sans division. Reportez-vous aux conditions ci-dessous pour la méthode MDL DIF (seules les conditions du MMI sont données, les autres sont identiques à celles de l'injection chaude sans division).

MMI

Mode	Sans division
Température d'injecteur	90 °C
Temps initial	0,1 min
Vitesse 1	720 °C
Température finale	250 °C
Temps final	5 min
Temps de purge	2 min
Débit de purge	60 ml/min
Purge du septum	3 ml/min

Comparez les surfaces, les largeurs et les formes des pics pour les modes d'injection chaude et froide sans division. La [Figure 2](#) illustre les résultats typiques de l'injection froide sans division pour l'échantillon MDL DIF. Pour cet échantillon, les résultats sont presque identiques pour les deux types d'injection.

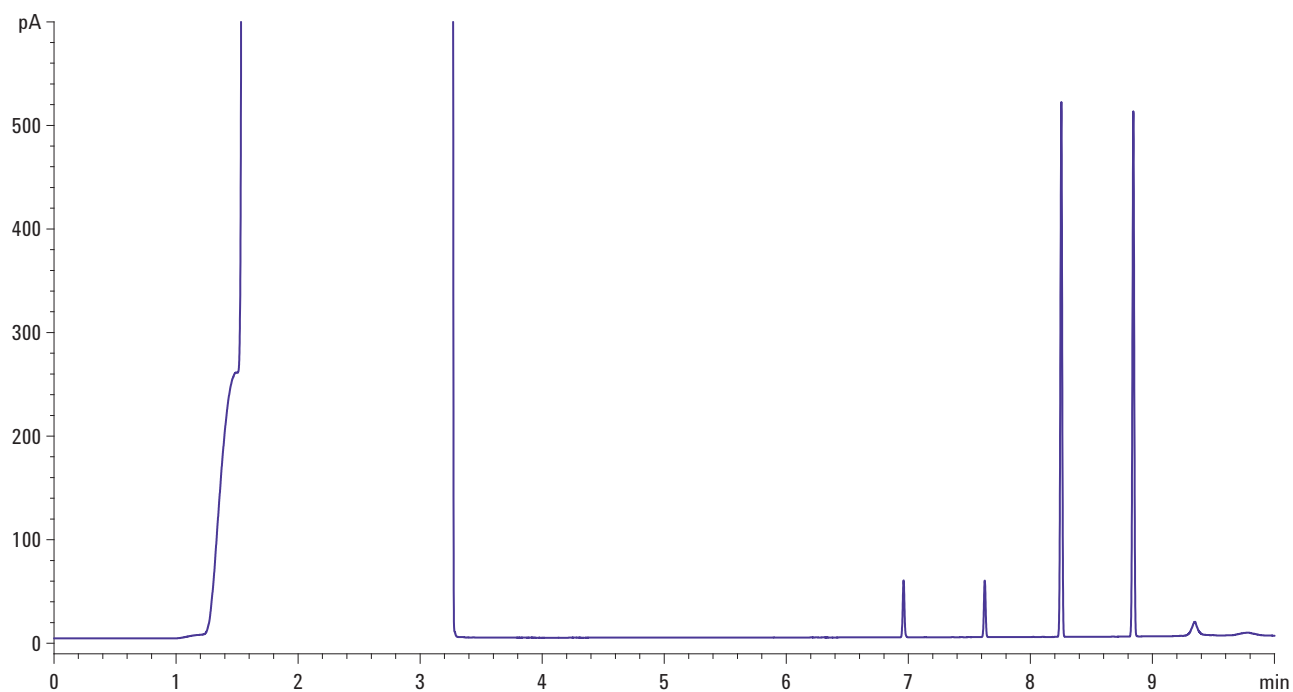


Figure 2 Résultats typiques de l'échantillon MDL DIF en injection froide sans division

Etape 3 - Solvent Vent (Elimination du solvant)

Changez à présent le mode MMI en Solvent Vent. Notez que le bouton **Solvent Elimination Calculator** (Calculateur d'élimination du solvant) apparaît ([Figure 3](#)).

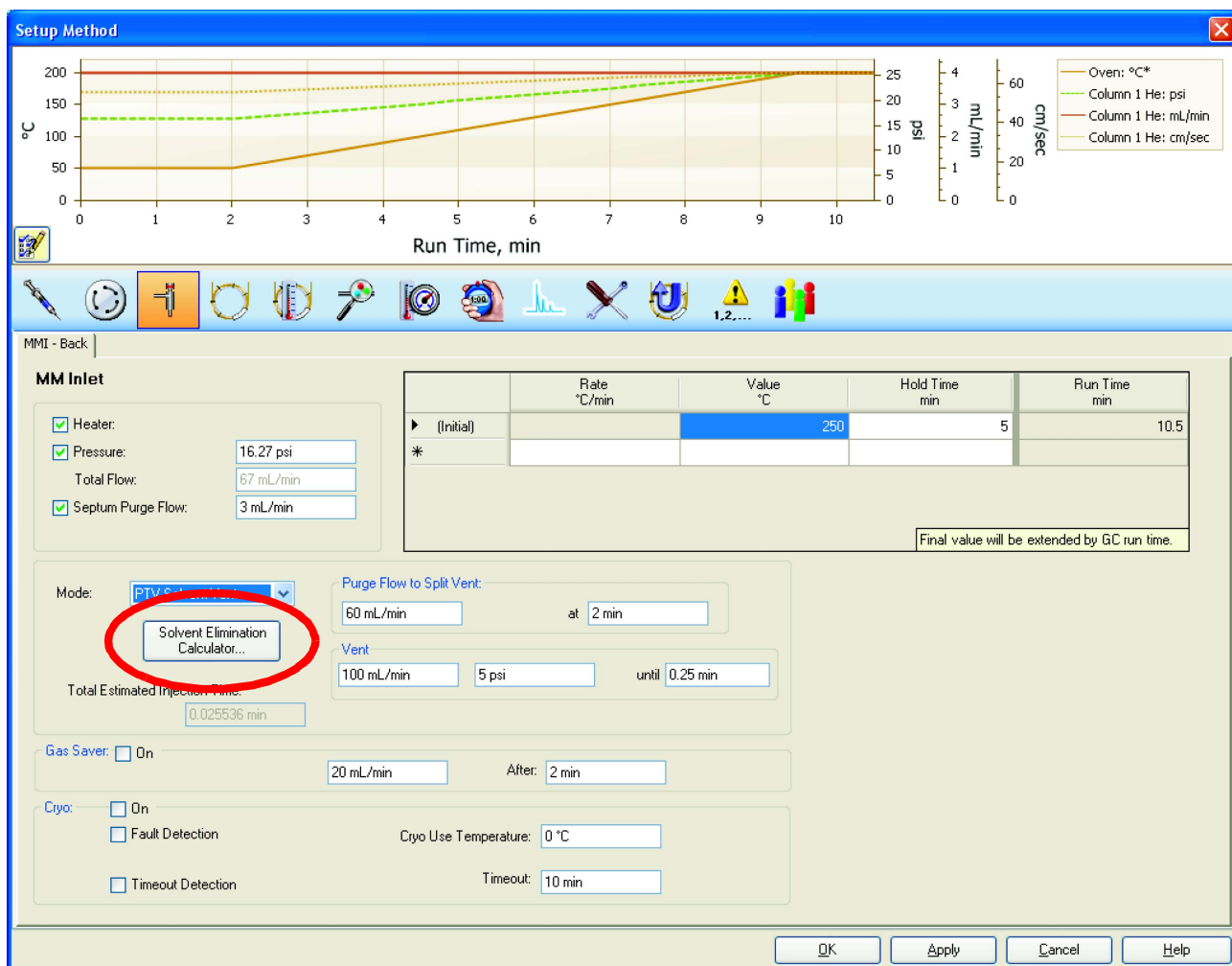


Figure 3 Accès au Solvent Elimination Calculator

Ce calculateur a été conçu pour vous aider à déterminer des conditions de départ raisonnables pour votre méthode de LVI. Cliquez sur le bouton **Solvent Elimination Calculator** pour démarrer le calculateur. Dans le premier écran (Figure 4), il vous sera demandé plusieurs éléments d'informations. Vous devrez être en mesure de fournir le solvant de l'échantillon et le volume désiré de votre injection. Le calculateur "connaît" la seringue installée actuellement et ne vous permettra d'injecter que 50 % de ce volume. Si vous en demandez plus, le calculateur vous avertira que le système ne peut pas effectuer l'injection et vous donnera le choix de la manière de procéder. Le troisième élément d'information est le point d'ébullition de l'analyte d'élimination le plus proche. Si vous le connaissez, sélectionnez la température la

plus proche de cette valeur ; sinon, vous pouvez le laisser à 150 °C car cela contribuera à conserver une large gamme d'analytes. Pour l'échantillon MDL DIF, choisissez l'isooctane comme solvant, le volume d'injection à 5 µl et le point d'ébullition à 200 °C. Cliquez sur **Next** (Suivant) pour afficher l'écran de calcul.

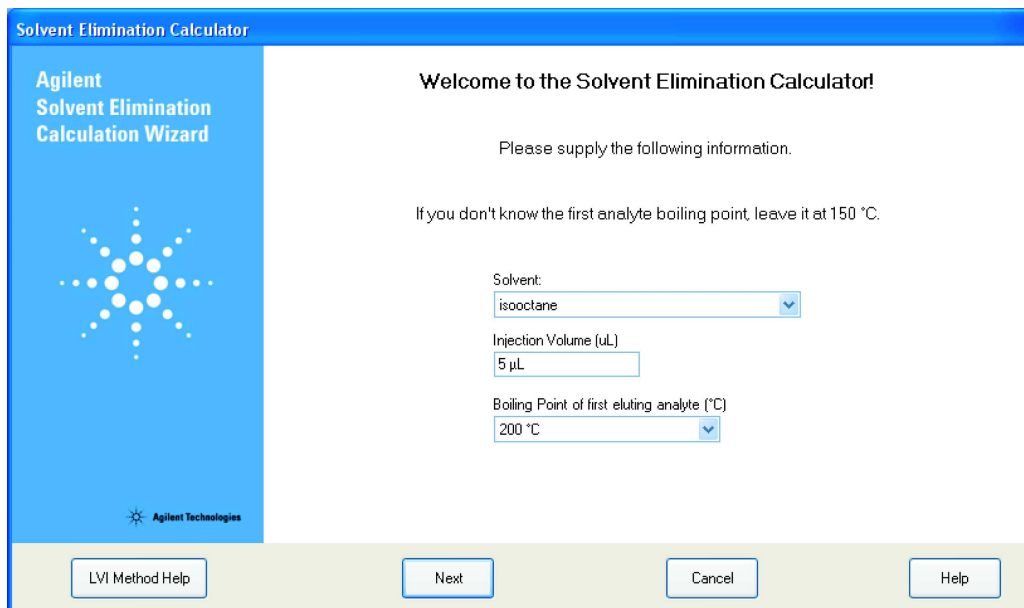


Figure 4 Solvent Elimination Calculator (Calculateur d'élimination du solvant)

La [Figure 5](#) illustre l'écran de calcul. En prenant les informations que vous avez fournies, le calculateur a utilisé un ensemble de conditions initiales de l'instrument pour déterminer la vitesse d'élimination du solvant selon les principes théoriques fondamentaux. Cette “vitesse d'élimination” ne tient pas compte d'autres facteurs spécifiques à la LVI et est normalement trop rapide comme on peut le déterminer à partir de l'expérience pratique. La “vitesse d'injection suggérée” tient compte de ces facteurs et est conçue pour laisser une petite quantité de solvant dans le manchon à la fin de la période d'élimination. Ce solvant sert de “piège” liquide pour les analytes les plus volatils et stimule leur récupération. Le “temps d'élimination suggéré” est déterminé en divisant le volume d'injection par la “vitesse d'injection suggérée”.

NOTE

Pour de plus amples informations, reportez-vous à l'Aide de la méthode LVI du logiciel de commande de votre instrument.

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 ☐ bar

Solvent isooctane

LVI Method Help Previous Next Cancel Help

Figure 5 Variables du calculateur d'élimination du solvant

Les variables destinées à déterminer la vitesse d'élimination sont réglables par l'utilisateur dans la partie inférieure de la fenêtre. Pour illustrer comment ces paramètres interagissent entre eux, essayez les modifications suivantes (marquées en **rouge**) et enregistrez la valeur de la "Vitesse d'élimination" dans le [Tableau 1](#).

Tableau 1 Feuille de calcul de la vitesse d'élimination

Inlet temp (°C) (Température de l'injecteur en °C)	Vent Flow (mL/min) (Débit d'élimination en ml/min)	Injected Volume (µL) (Volume injecté en µl)	Vent Pressure (psig) (Pression d'élimination en psig)	Outlet Pressure (psig) (Pression de sortie en psig)	Solvent (Solvant)	Elimination Rate (µL/min) (Vitesse d'élimination en µl/min)
60	100	5	5	0	Isooctane	137,64
40	100	5	5	0	Isooctane	
60	50	5	5	0	Isooctane	
60	100	5	2	0	Isooctane	
60	100	5	5	2	Isooctane	
60	100	5	5	0	Hexane	

Notez qu'une petite modification de la température de l'injecteur a un impact sensible sur la vitesse d'élimination. Le débit d'élimination a un effet linéaire de sorte qu'une division par deux de ce débit produit une diminution proportionnelle de la vitesse d'élimination. Lorsque la pression d'élimination diminue, la vitesse d'élimination augmente. Gardez à l'esprit que la pression d'élimination a aussi une influence sur la quantité de solvant qui atteint la colonne lors de l'élimination. Lorsque la pression d'élimination augmente, d'avantage de solvant est chargé dans la colonne avant le transfert des analytes. Enfin, le type de solvant, en particulier son point d'ébullition normal, a une grande influence sur la vitesse d'élimination.

Pour continuer avec le didacticiel, ramenez les valeurs du calculateur à celles indiquées à la [Figure 5](#) et de la liste ci-dessous. Cliquez sur **Next** pour passer à l'écran des modifications de méthode ([Figure 6](#)).

MMI

Mode	Solvent Vent (Elimination du solvant)
Inlet temperature (Température d'injecteur)	60 °C
Initial time (Temps initial)	0,07 min
Rate 1 (Vitesse 1)	720 °C
Final temperature (Température finale)	250 °C
Final time (Temps final)	5 min
Vent flow (Débit d'élimination)	100 ml/min
Vent pressure (Pression d'élimination)	5 psig
Vent time (Temps d'élimination)	0,07 min
Purge time (Temps de purge)	2,57 min
Purge flow (Débit de purge)	60 ml/min
Septum purge (Purge du septum)	3 ml/min

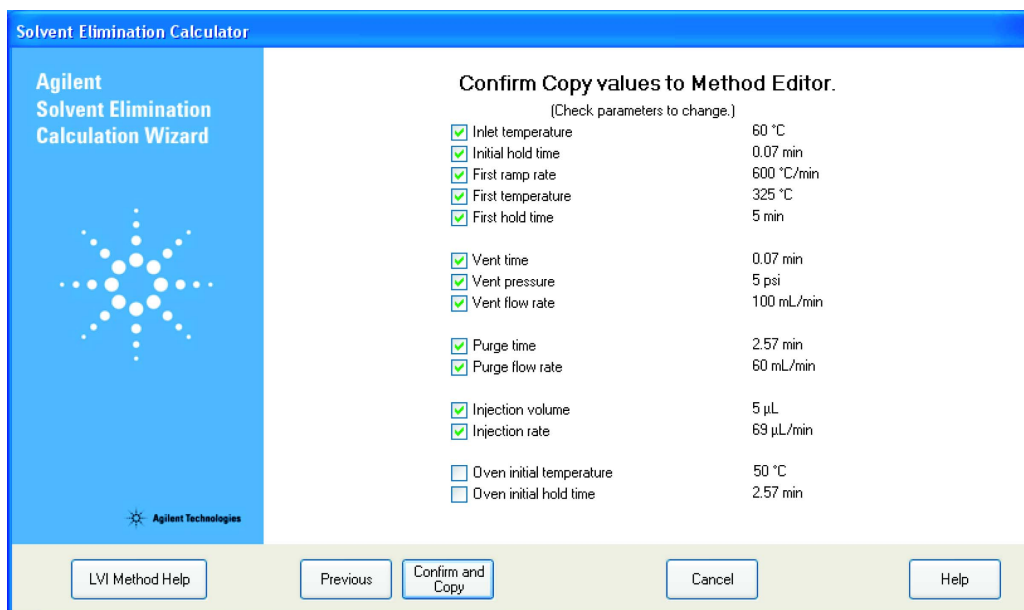


Figure 6 Modifications de la méthode pour télécharger l'éditeur de méthode (Calculateur d'élimination de solvant)

Cet écran vous montre les modifications de la méthode qui seront téléchargées vers l'écran Edit Parameters (Modifier Paramètres). Vous pouvez choisir d'accepter ou de rejeter n'importe lequel de ces paramètres. La température initiale du four et les temps de maintien ne sont pas cochés automatiquement au cas où votre méthode exige que ces valeurs soient inchangées (par ex. si vous avez une méthode à verrouillage des temps de rétention). Pour l'échantillon MDL DIF, cliquez sur **Confirm and Copy** (Confirmer et copier) puis sur **Ok** à l'écran Edit Parameters.

Lancez l'analyse et comparez les surfaces des pics entre cette analyse et votre analyse d'origine avec l'injection chaude sans division. La Figure 7 illustre une superposition de ces deux analyses. La trace rouge est le résultat de l'injection chaude sans division et la trace bleue est le résultat de l'élimination du solvant.

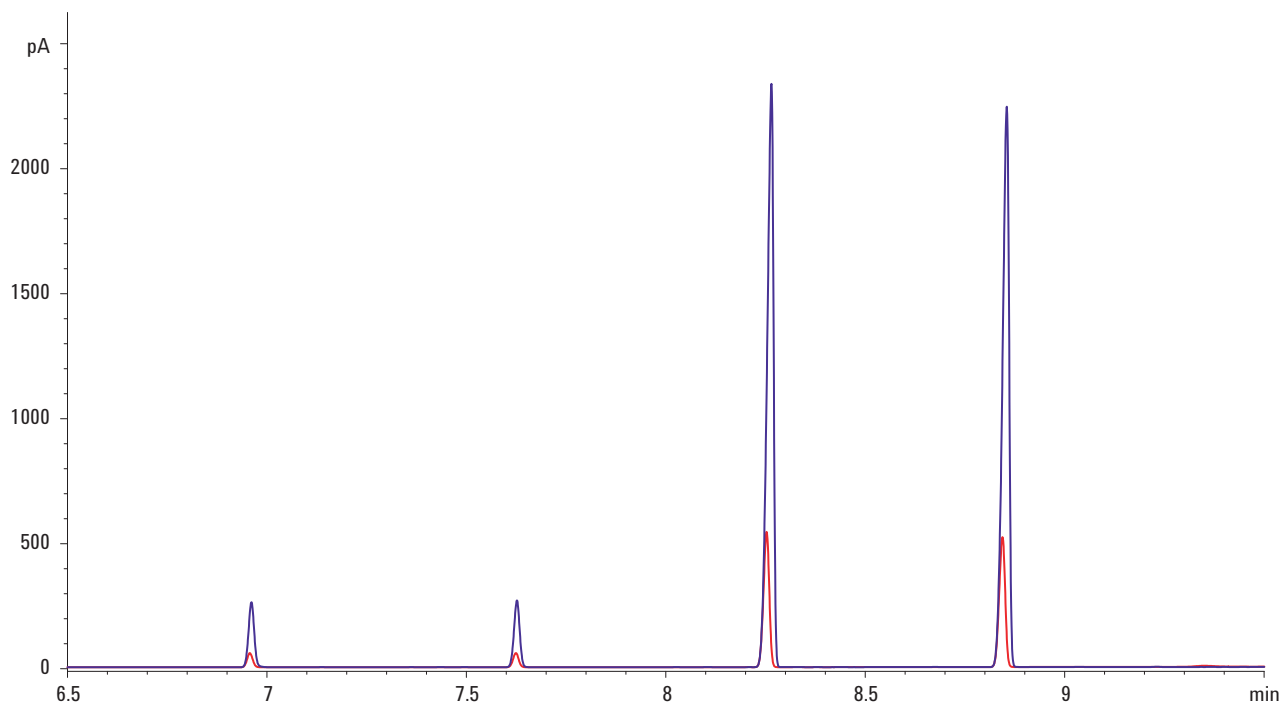


Figure 7 Superposition du résultat de l'injection chaude sans division et du résultat de l'élimination du solvant

Le [Tableau 2](#) compare les surfaces des pics pour les deux analyses. Les largeurs des pics pour les analytes sont essentiellement identiques pour les deux analyses. Le résultat est que les pics sont cinq fois plus élevés et montrent une augmentation d'un facteur cinq du rapport signal/bruit.

Tableau 2 Surfaces résultantes des pics pour les analyses par injection chaude sans division et par élimination du solvant

Mode d'injection	Surface du solvant	Surface de C13	Surface de C14	Surface de C15	Surface de C16
Injection chaude sans division de 1 µl	17113114	56	56	555	554
Élimination du solvant de 5 µl	36859256	261	268	2622	2596
Récupération d'élimination de solvant	44 %	93 %	96 %	94 %	94 %

Dans le [Tableau 2](#), la récupération d'élimination du solvant a été calculée en divisant les surfaces de l'analyse par élimination du solvant par cinq fois les surfaces de l'analyse par injection chaude sans division. Pour les analytes, les récupérations sont presque de 100 % et presque identiques, ce qui indique que les conditions d'élimination du solvant ont amélioré d'un facteur de cinq les limites de détection de l'instrument. Notez que la récupération du solvant n'est seulement que de 44 %. Cela signifie que sur les 5 µl d'échantillon injectés, seuls 2,2 µl sont entrés dans la colonne.

Etendons ces résultats à des volumes d'injection plus importants. Pour cela, installez une seringue de volume plus important comme 25 ou 50 µl dans l'échantillonneur automatique. Augmentez le volume d'injection jusqu'à 10 µl et utilisez le Calculateur d'élimination du solvant pour déterminer les conditions initiales. Pour l'échantillon MDL DIF, les conditions du MMI sont à présent :

MMI

Mode	Solvent Vent (Elimination du solvant)
Inlet temperature (Température d'injecteur)	60 °C
Initial time (Temps initial)	0,15 min
Rate 1 (Vitesse 1)	720 °C
Final temperature (Température finale)	250 °C
Final time (Temps final)	5 min
Vent flow (Débit d'élimination)	100 ml/min
Vent pressure (Pression d'élimination)	5 psig
Vent time (Temps d'élimination)	0,15 min
Purge time (Temps de purge)	2,65 min
Purge flow (Débit de purge)	60 ml/min
Septum purge (Purge du septum)	3 ml/min

La [Figure 8](#) illustre un agrandissement des pics d'analytes avec une injection de 10 μl . Les deux premiers pics sont raisonnablement symétriques, mais les deux derniers montrent clairement une anomalie. Celle-ci est due partiellement à la surcharge de la colonne et à la quantité de solvant transférée vers celle-ci.

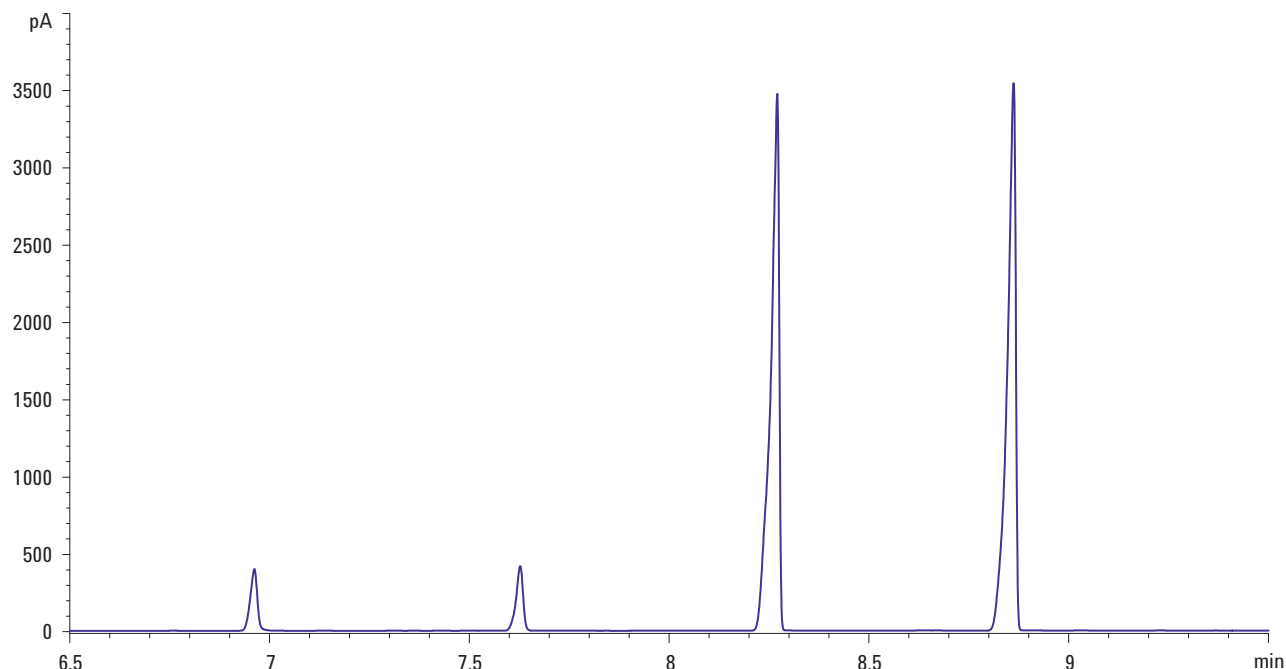


Figure 8 Pics d'analytes obtenus avec une injection de 10 μl

Le [Tableau 3](#) illustre la récupération à partir de l'analyse initiale par injection chaude sans division. Notez que les récupérations de l'analyse par élimination de solvant de 10 μl sont légèrement inférieures à celle de 5 μl indiquées dans le [Tableau 2](#). Cela est confirmé par la récupération de solvant plus faible. Pour améliorer cela, la température de l'injecteur pourrait être abaissée tout en maintenant tous les autres paramètres à la même valeur ou en raccourcissant légèrement le temps d'élimination. Dans les deux cas, plus de solvant serait laissé derrière pour aider à capturer le C13. De ces deux approches, la température de l'injecteur a un effet plus important sur la capture des analytes à élution la plus précoce.

Tableau 3 Récupération à partir de l'analyse initiale par injection chaude sans division

Mode d'injection	Surface du solvant	Surface de C13	Surface de C14	Surface de C15	Surface de C16
Injection chaude sans division de 1 µl	17113114	56	56	555	554
Élimination du solvant de 10 µl	59579040	261	268	2622	2596
Récupération d'élimination de solvant	35 %	88 %	91 %	92 %	94 %

Pour aller vers des volumes d'injection plus importants, le moyen le plus simple est d'augmenter proportionnellement le temps d'élimination. Vous pouvez utiliser le Calculateur d'élimination du solvant pour explorer cette relation. Pour une injection de 50 µl, un temps d'élimination de 0,75 minute est nécessaire. Les paramètres d'injection pour l'échantillon MDL DIF sont indiqués ci-dessous. Afin d'éviter de surcharger la colonne, l'échantillon MDL DIF a été dilué à 1:10 dans de l'isooctane.

MMI

Mode	Solvant Vent (Élimination du solvant)
Inlet temperature (Température d'injecteur)	60 °C
Initial time (Temps initial)	0,75 min
Rate 1 (Vitesse 1)	720 °C
Final temperature (Température finale)	250 °C
Final time (Temps final)	5 min
Vent flow (Débit d'élimination)	100 ml/min
Vent pressure (Pression d'élimination)	5 psig
Vent time (Temps d'élimination)	0,75 min
Purge time (Temps de purge)	3,25 min

MMI (suite)

Purge flow (Débit de purge)	60 ml/min
Septum purge (Purge du septum)	3 ml/min

Le chromatogramme généré est illustré par la [Figure 9](#). Les formes des pics sont évidemment distordues, résultat d'une quantité de solvant trop importante transférée vers la colonne. Vous pouvez résoudre un tel problème de plusieurs manières. Augmenter simplement le temps d'élimination réduira la quantité de solvant dans la colonne. La [Figure 10](#) illustre le chromatogramme généré avec un temps d'élimination de 0,90 minute au lieu de 0,75 minute. Les formes des pics sont fortement améliorées et sont très semblables à celles du chromatogramme de 5 µl illustré par la [Figure 7](#). D'autres approches pour réduire la quantité de solvant transférée vers la colonne sont d'augmenter le débit d'élimination, de diminuer la pression d'élimination ou d'augmenter la température de l'injecteur pendant la période d'élimination. Le Calculateur d'élimination du solvant peut vous montrer quantitativement l'effet d'une variation de ces paramètres sur la vitesse d'élimination. Deux autres approches peuvent également vous aider à améliorer la récupération des analytes et la forme des pics. L'utilisation d'un intervalle de rétention aidera à reconcentrer les pics d'analytes et à améliorer leur forme. Une seconde méthode consiste à inclure des matériaux absorbants dans le manchon comme de la laine de verre ou de la mousse d'emballage. Ces matériaux inclus dans le manchon contribueront à conserver les analytes pendant l'élimination du solvant et laisseront moins de solvant se transférer vers la colonne. Lorsque vous utilisez ces matériaux absorbants dans le manchon, vous devez tenir compte de la perte d'analytes due à l'absorption irréversible.

Pour de plus amples informations et des applications d'échantillons, veuillez vous reporter au site Web d'Agilent (<http://chem.agilent.com>).

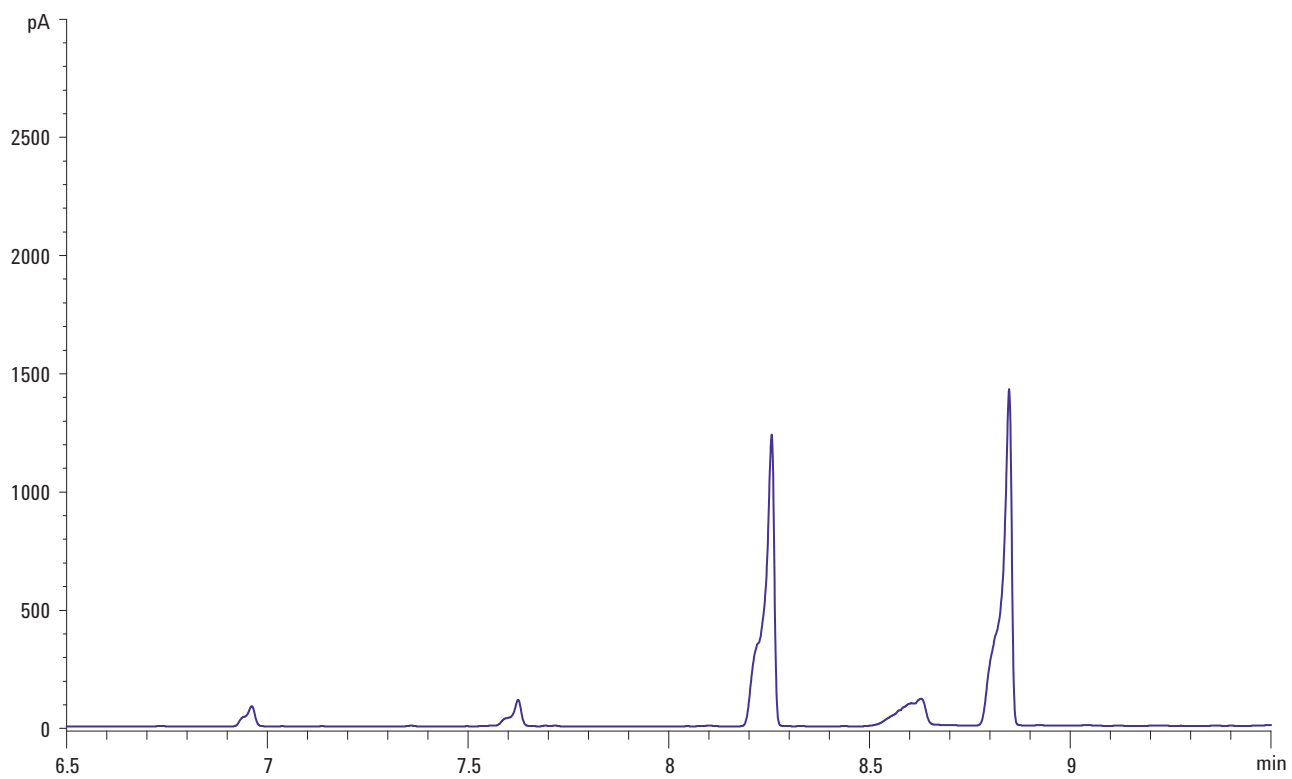


Figure 9 Echantillon MDL DIF dilué à 1:10 dans de l'isooctane

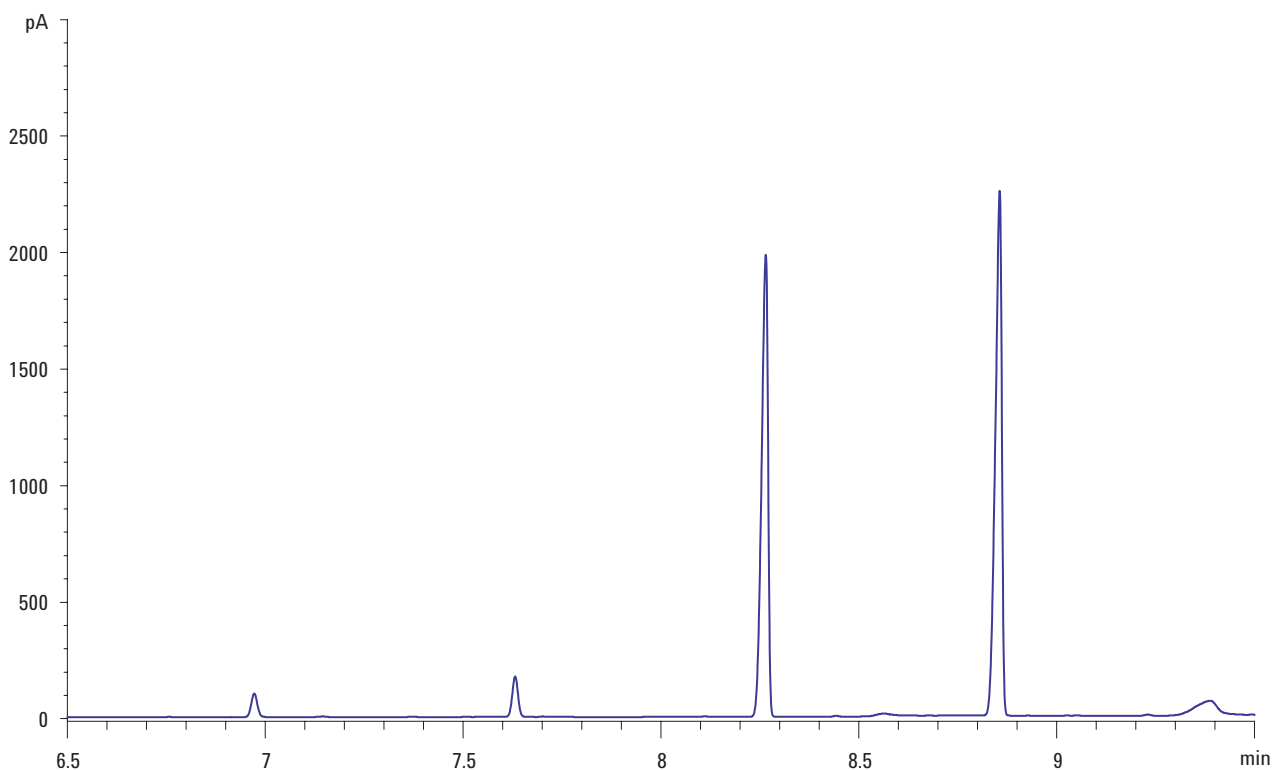


Figure 10 Chromatogramme généré avec un temps d'élimination de 0,90 minute au lieu de 0,75 minute

Supposons que les analytes à élution la plus précoce (C13 et C14 de l'échantillon MDL DIF) n'ont pas été récupérés quantitativement. Pour améliorer leur rétention, le moyen le plus efficace est de réduire la température initiale de l'injecteur. Cela diminue la vitesse de perte d'analytes pendant l'élimination du solvant tout en laissant celui-ci s'éliminer. En revanche, un temps d'élimination plus long est nécessaire pour éliminer la plupart du solvant. En principe, cela signifie qu'une plus grande quantité de solvant sera transférée vers la colonne.



Agilent Technologies

Avertissements

© Agilent Technologies, Inc. 2009

Conformément aux lois internationales relatives à la propriété intellectuelle, toute reproduction, tout stockage électronique et toute traduction de ce manuel, totaux ou partiels, sous quelque forme et par quelque moyen que ce soit, sont interdits sauf consentement écrit préalable de la société Agilent Technologies, Inc.

Première édition, avril 2009

Les informations contenues dans ce document peuvent faire l'objet de modifications sans préavis.

Imprimé aux Etats-Unis

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

Référence du manuel

G3510-93020

Garantie

Les informations contenues dans ce document sont fournies “en l’état ” et pourront faire l’objet de modifications sans préavis dans les éditions ultérieures. De plus, dans la mesure autorisée par les lois applicables, Agilent décline toute garantie expresse ou implicite en ce qui concerne ce manuel et toute information qu’il contient y compris – mais sans que cela soit limitatif – tout type de garantie implicite de valeur marchande et d’adéquation à une application particulière. Agilent ne saurait être tenu pour responsable des erreurs ou des dommages fortuits ou consécutifs à la fourniture, à l’utilisation ou à l’exploitation de ce document ou de toute information qu’il contient. Si Agilent a passé un contrat écrit avec l’utilisateur et que certains termes de ce contrat semblent contradictoires avec ceux de ce document, ce sont les termes du contrat qui prévalent.