

Mejore la precisión en sus soluciones AC SIMDIS utilizando el Inyector Automático de Líquidos (ALS) Agilent Modelo 7693 Optimizado por AC para Disolventes Ligeros.

- Mayor Precisión y Recuperación de datos para AC SIMDIS ASTM D7169.
- Mejora el rendimiento de la inyección para disolventes con bajo punto de ebullición.

Palabras clave:

SIMDIS, Disolvente ligero , CS₂, 7693A ALS, ASTM D7169.

INTRODUCCIÓN

Hay muchos factores que afectan a la precisión de los datos cromatográficos. Entre los más críticos se encuentran los parámetros relacionados con la introducción de muestras. Un factor que es fácilmente controlable es la temperatura de la muestra y sus variaciones en el tiempo en relación con el disolvente utilizado.

Las condiciones ambientales y los patrones de calor alrededor del ALS pueden convertirse en los principales factores que contribuyen en el rendimiento cuando se utilizan disolventes muy ligeros.

En los análisis de destilación simulada, en las zonas calentadas se utilizan rampas de temperatura típicas por encima de los 430°C y generalmente se elige como disolvente el CS₂ (pb: 46,2°C). Otros disolventes ligeros con similares rangos de punto de ebullición como el pentano y el diclorometano también pueden verse afectados de un modo similar por el efecto de la temperatura.

Este estudio muestra datos prácticos de temperaturas en la zona del portal de inyección y datos de repetibilidad utilizando la solución AC HT SIMDIS de doble canal conforme a ASTM D7169 y describe la mejora implementada en el hardware para aumentar la precisión en la inyección.

EXPERIMENTO

Se equiparon con sensores dos inyectoros automáticos de líquidos Agilent Modelo ALS 7693 para medir el perfil de temperatura alrededor de los portales de inyección y ALSs en un AC HT SIMDIS ASTM D7169 de doble canal. Se monitorizaron las temperaturas en varias localizaciones incluida la bandeja de muestras.

RESULTADOS

Como se muestra en la Figura 1, los primeros estudios térmicos demuestran que la temperatura alrededor de la zona de la bandeja de muestras puede alcanzar hasta 55°C, superando así el punto de ebullición del CS₂. Los perfiles de temperatura del back inlet son siempre mayores comparados con los del front inlet y los analizadores de doble canal AC SIMDIS muestran mayor disipación de calor hacia el área de la muestra comparados con los sistemas de un solo canal.

Este aumento de temperatura en toda el área de la muestra afecta negativamente a la precisión de la inyección debido a la vaporización selectiva del disolvente más volátil en el vial y la vaporización del disolvente durante el proceso de inyección de muestra. Ambas conducen a discriminación y variaciones en el volumen de inyección lo que a su vez puede dar lugar a datos menos precisos en los cálculos de recuperación realizados para D7169.

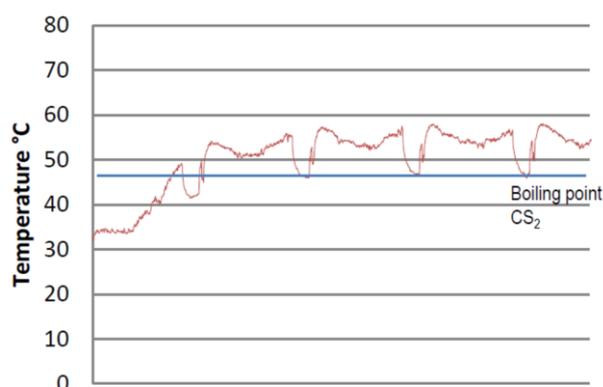


Figura 1: Perfil de temperatura de la bandeja posterior de muestras medido en un AC HT SIMDIS de doble canal. Temperatura medida en varios ciclos de inyección.

SOLUCIÓN

El ventilador de entrada en el GC es sustituido con un modelo de mayor capacidad y el ALS 7693 es equipado con un ventilador adicional proporcionando así un importante flujo de aire vertical que desvía el calor lejos del área de la muestra.



Figura 2: 7693A ALS Optimizado por AC para disolventes ligeros

Utilizando estos cambios, las temperaturas medidas en la bandeja de muestras se redujeron significativamente a poco más de 30°C, temperatura inferior a la del punto de ebullición del disolvente.

La Tabla 1 muestra los datos típicos de repetibilidad del sistema incluyendo ambas modificaciones.

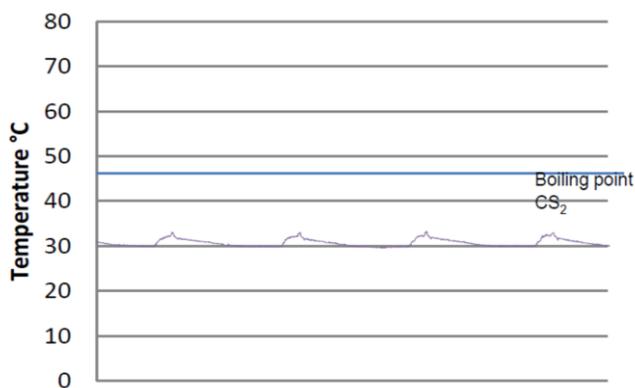


Figura 3: Perfil de temperaturas de la bandeja de muestras posterior en un AC HT SIMDIS de doble canal equipado con Inyector ALS optimizado para disolventes ligeros y el ventilador de entrada modificado. Temperatura medida en la bandeja de muestras a durante varios ciclos de inyección.

	Peak Area Front Channel	Peak Area Back Channel
	94663.9	95100.9
	95317.5	95623.0
	95330.9	96279.2
	94348.5	95386.1
	95399.6	96548.0
	95129.8	96336.3
	94929.7	96108.8
	94456.2	96174.6
	95720.1	96794.9
	94765.9	97294.6
	95394	96655.8
	95269.3	97504.5
	94710.4	96308.2
	94873.1	95657.9
	95225.5	96648.2
	95440.9	96683.8
	95873	96446.2
	95382	96632.2
Average	95124	96344
ST DEV	420	615
%	0.4	0.6

Tabla 1: Datos de repetibilidad de área de pico para un AC SIMDIS de doble canal con ALS optimizado por AC para disolventes ligeros y ventilador modificado en el portal de inyección.

CONCLUSIÓN

El inyector 7693 ALS optimizado por AC para disolventes ligeros mejora el perfil térmico alrededor de la entrada y proporciona mejores datos de repetibilidad en las soluciones AC SIMDIS.

En particular para los métodos de alta temperatura como el ASTM D7169, en donde el cálculo de recuperación de la muestra depende totalmente de que las inyecciones sean precisas y repetibles, un mejor rendimiento se traduce directamente en especificaciones más precisas y mayor valor del producto.

Es evidente que el 7693 ALS optimizado por AC para disolventes ligeros también proporcionará ventajas significativas para otros tipos de análisis que utilicen disolventes con bajo punto de ebullición.



Servicios Profesionales
Ángel del Gallo y Francisco Peña, S.L.

Apartado 287
28400 Collado Villalba (Madrid)
Tel.: 91 849 90 18 • Fax: 91 849 90 24
www.gallpe.com • info@gallpe.com

