

La Technologie de Flux capillaire

Une nouvelle approche de la chromatographie en phase gazeuse



L. PASCAUD

*GCMS Product Specialist
Agilent Technologies*

LSCA



Agilent Technologies

Agenda

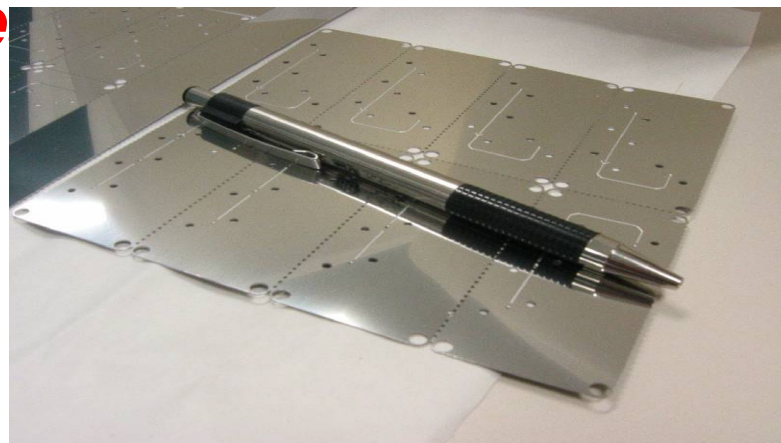


- ***La technologie de flux capillaire***

- » Une nouvelle technologie

- ***Les outils de flux capillaire***

- » Quickswap
- » Splitter
- » Dean's switch



- ***Autres exemples***

- » LVI avec cool-on-column
- » Connecteurs de Colonnes



Agilent Technologies

Gas Phase Microfluidics



- Connections de colonnes
- Splitters (purged and non-purged)
- Dean's switch
- MSD no-vent (QuickSwap)
- Mélange d'éfluentes
- Back-flush

Peu cher

Petit

Simple à utiliser

***Peuvent être installé
sur tous les GC***



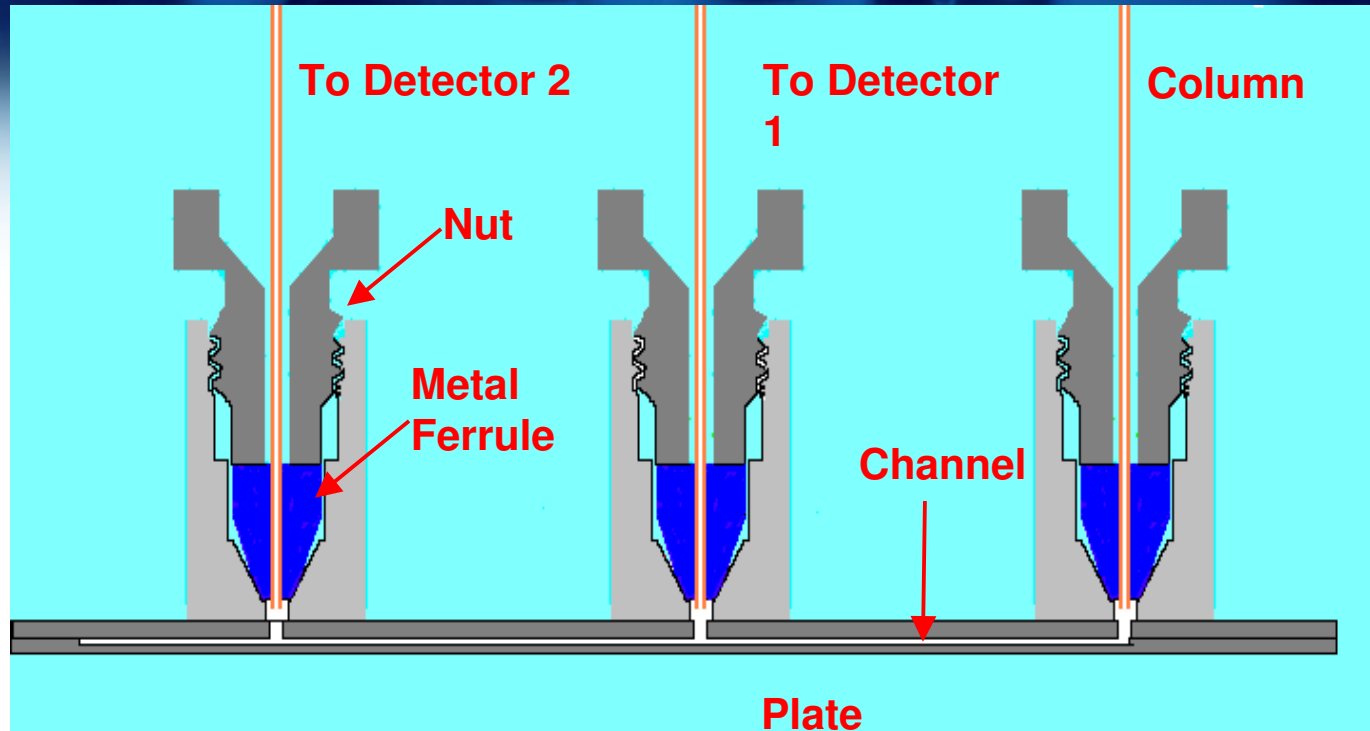
Agilent Technologies

PROPRIETES PRINCIPALES

- Facilité d'utilisation - Robustesse
- Inerte (pas de trainée de pics, désactivation...)
- Utilisable à haute température
- Pas d'entrée d'air (utilisable avec un GCMS)
- Pas de volume mort
- Pas de site actif
- Faible inertie thermique
- Réutilisable
- Utilisation programmée dans la méthode



Connections



• **Connections réutilisables, simples et rapides**

• ***Un seul type de ferrule métallique***

- Plus inertes que les ferrules graphite/vespel
- Ne fuient pas même à hautes températures



Agilent Technologies



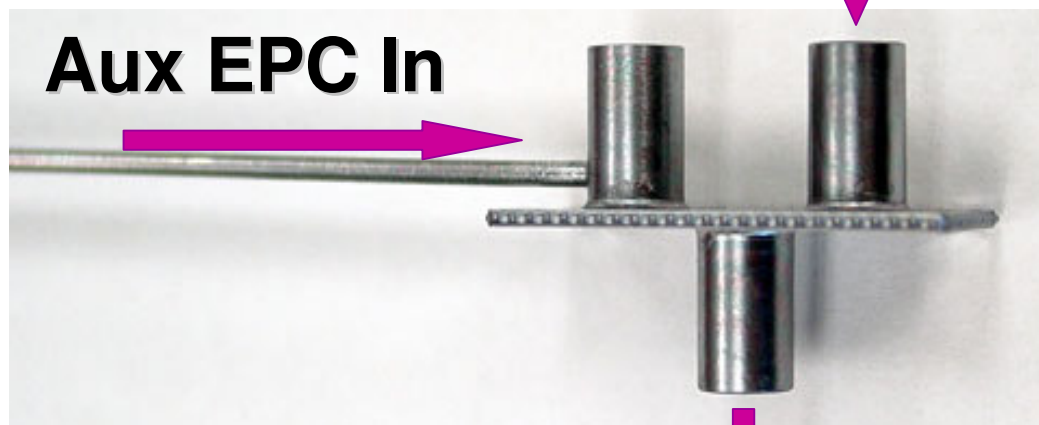
Quick Swap *(MSD no vent)*



Agilent Technologies

QuickSwap

Column Effluent



Aux EPC In

MSD Transfer Line



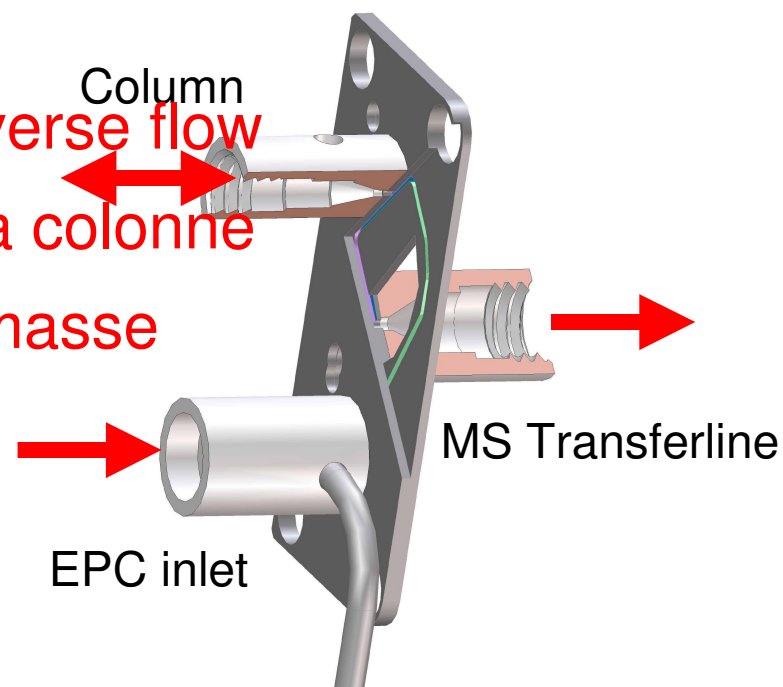
Agilent Technologies

QuickSwap MSD interface

QuickSwap - NoVent

- Ôter la colonne sans “vent”
- Mode Backflush permis
 - Maintenance de l’injecteur en reverse flow
 - Permet d’éliminer les lourds de la colonne
- Maintiens le débit constant dans la masse

Nécessite une pompe turbo



Microfluidic technology



Agilent Technologies



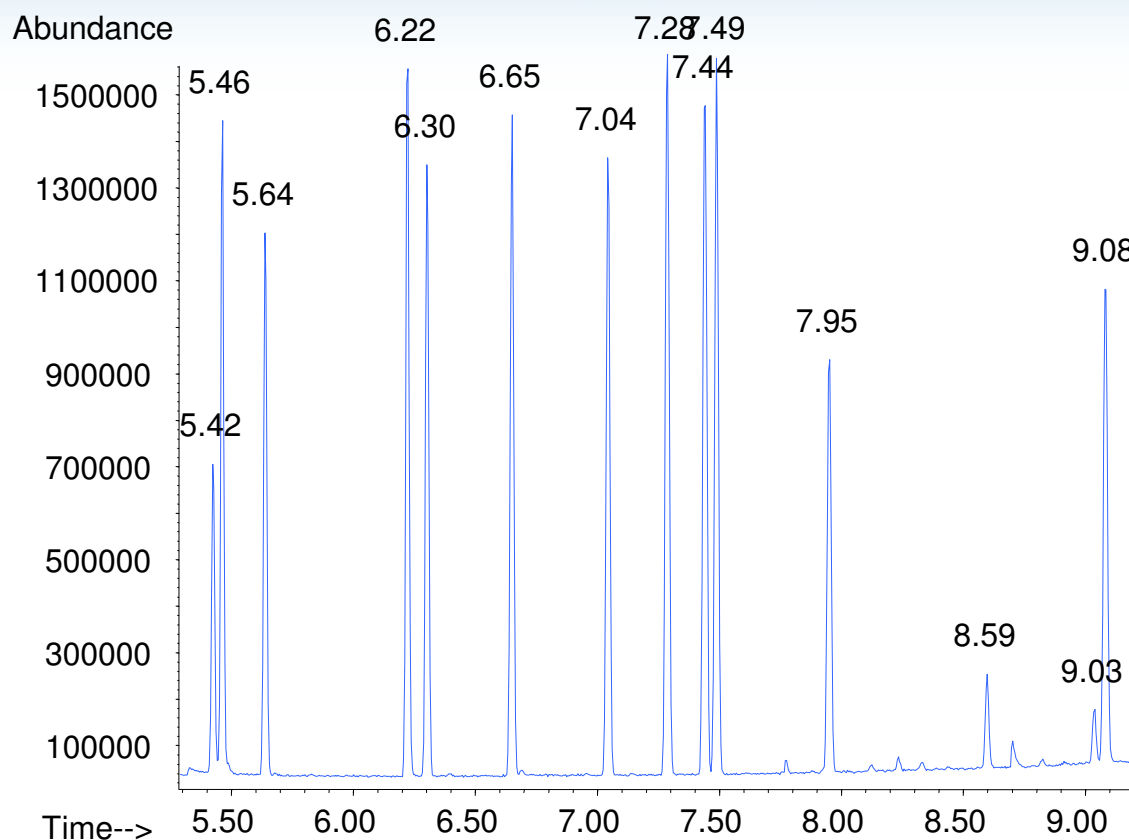
QuickSwap MSD Interface



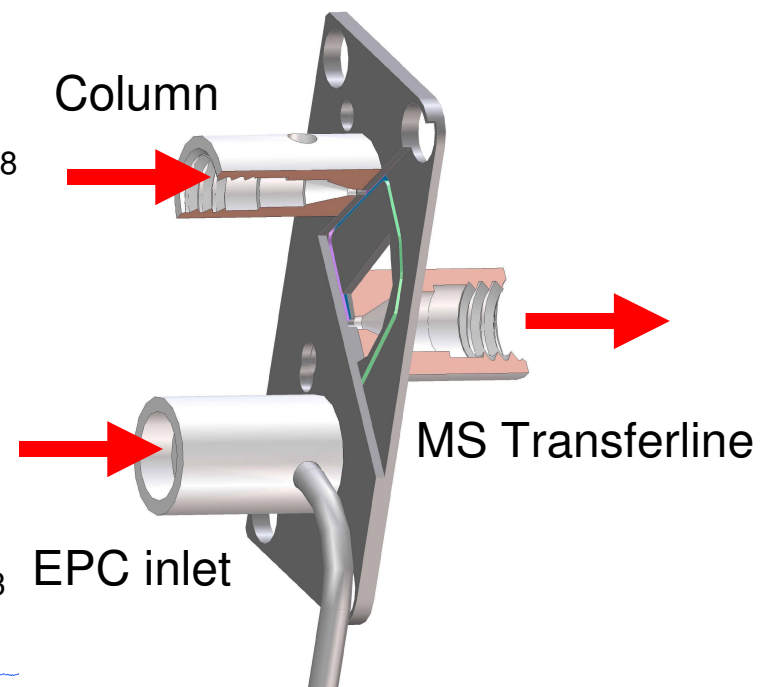
Installé dans le 7890  Agilent Technologies Installé dans le 6850

QuickSwap MSD interface

Analyses de composés actifs



Couche Intérieure désactivée



Pesticides avec QuickSwap – Aucune activité



Agilent Technologies

QuickSwap en Action

Colonne changée d'injecteur



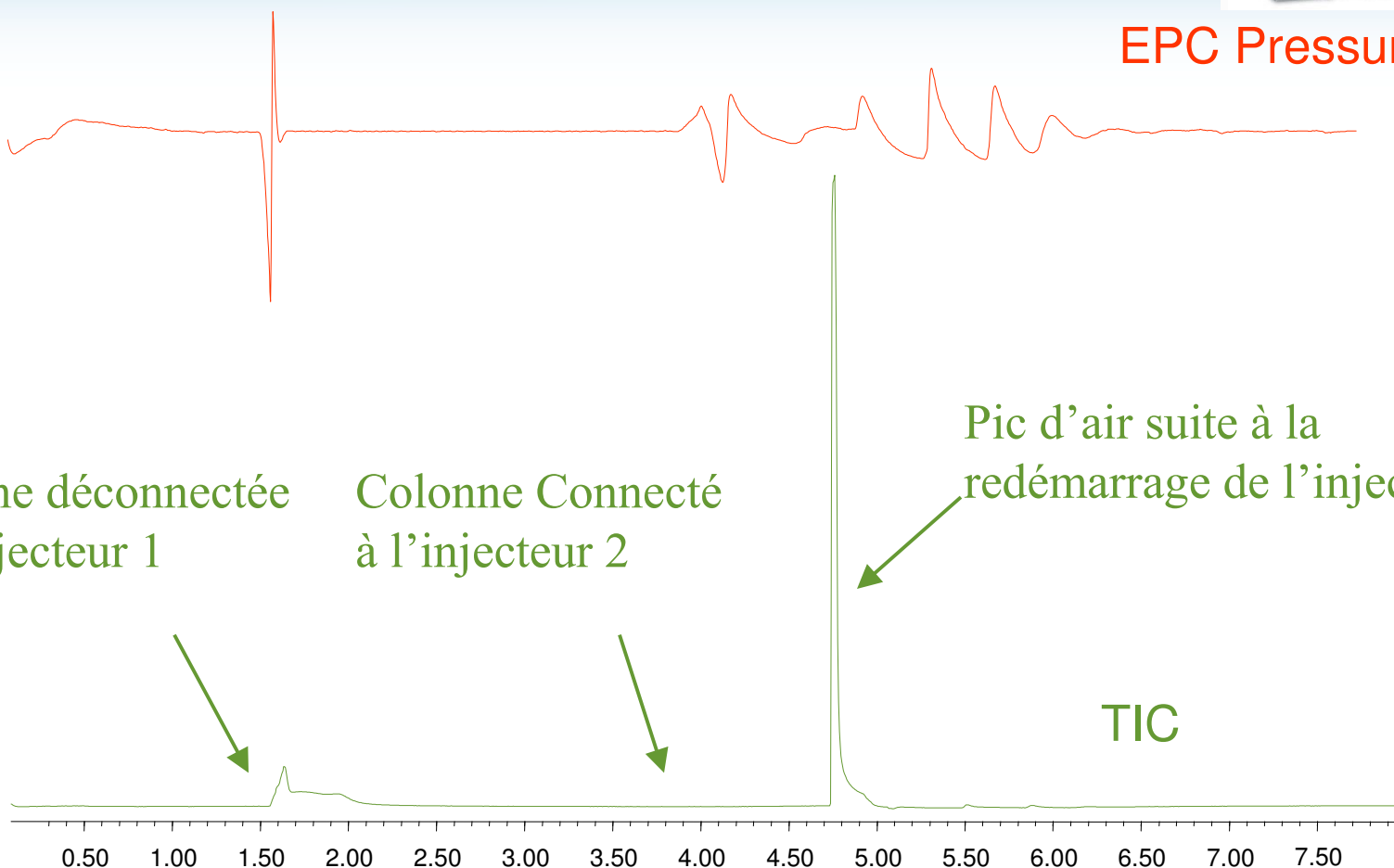
EPC Pressure

Colonne déconnectée
de l'injecteur 1

Colonne Connecté
à l'injecteur 2

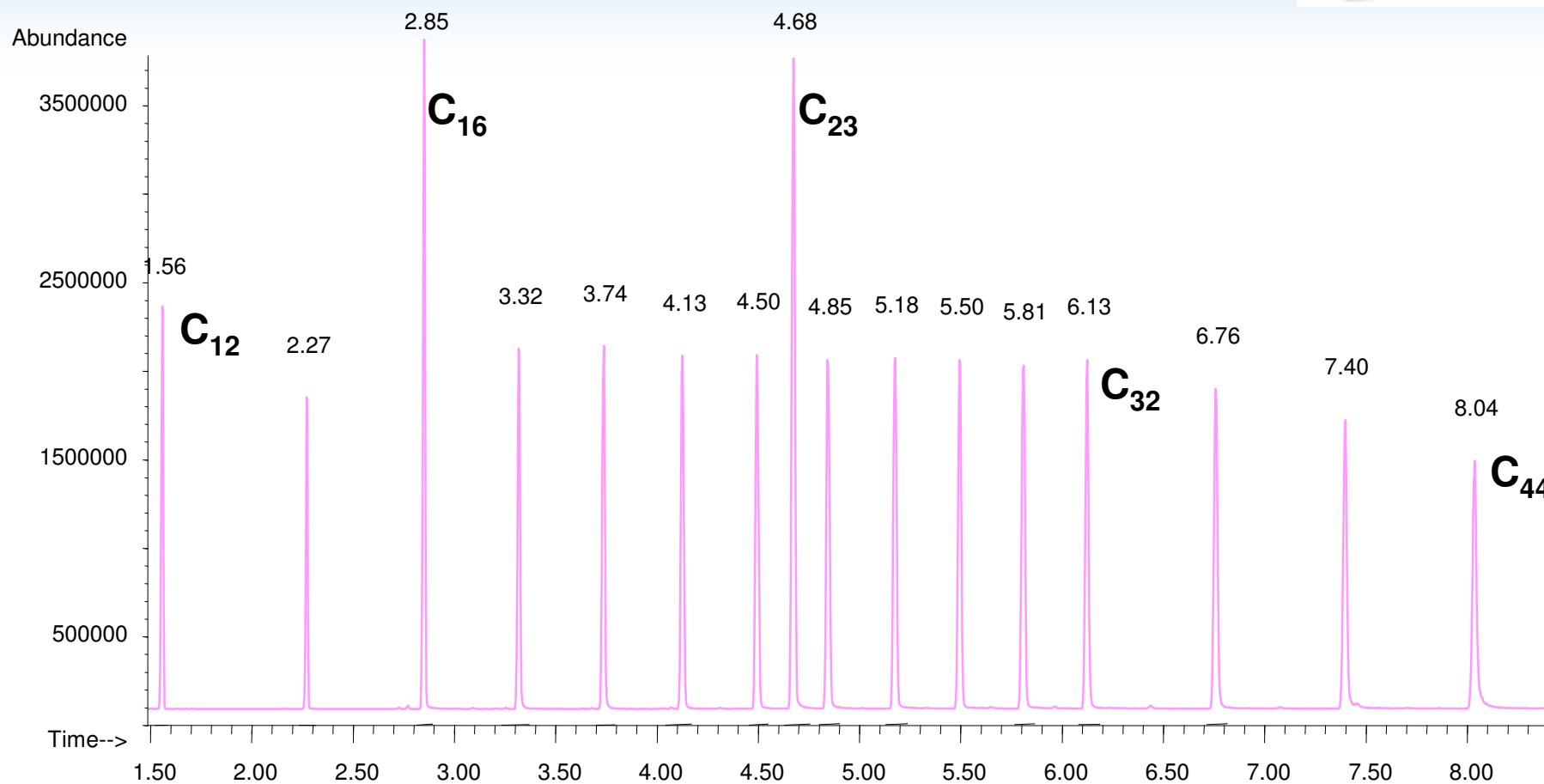
Pic d'air suite à la
redémarrage de l'injecteur

TIC



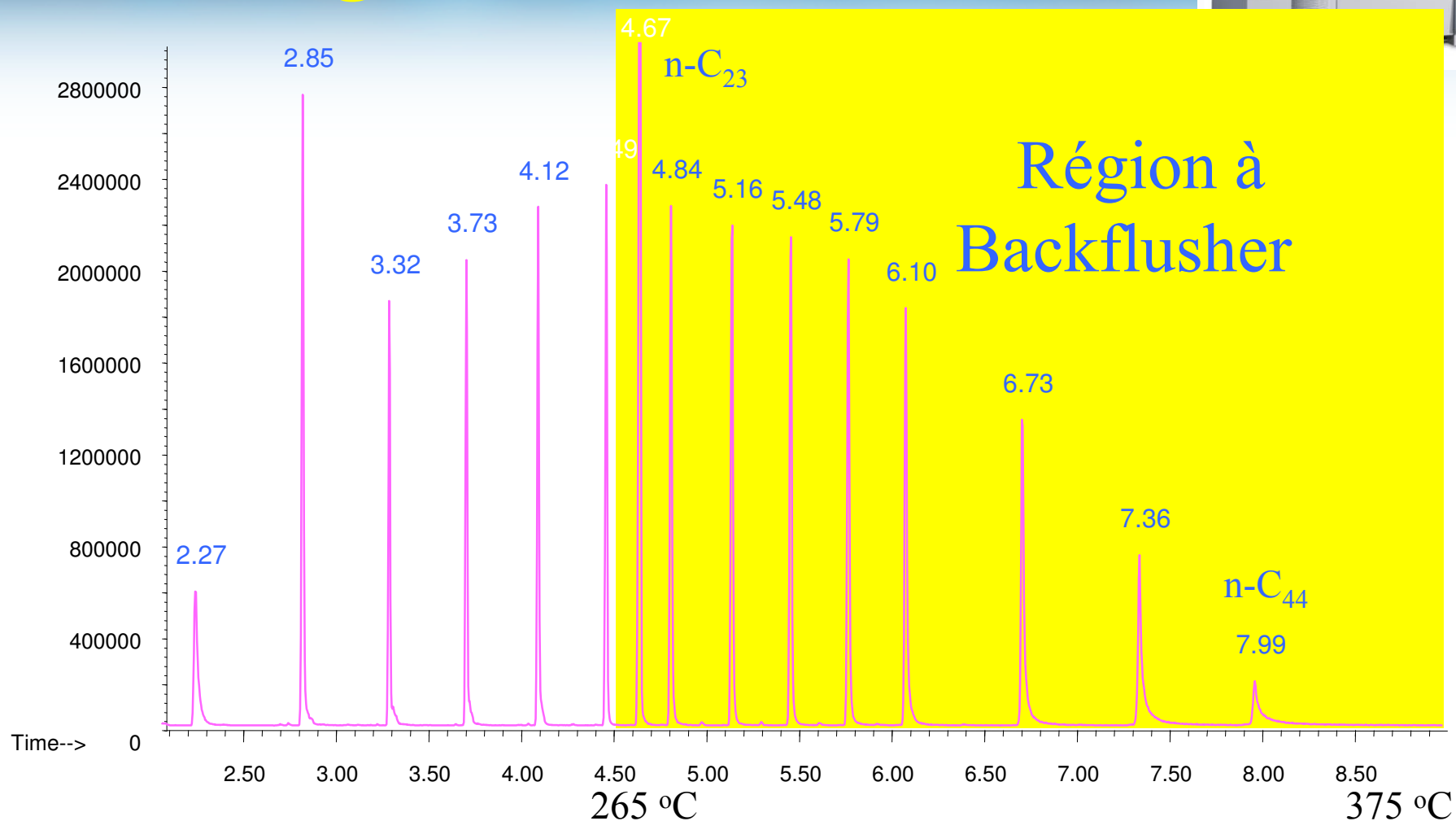
Agilent Technologies

C_{12} - C_{44} *n*-Alkanes QuickSwap



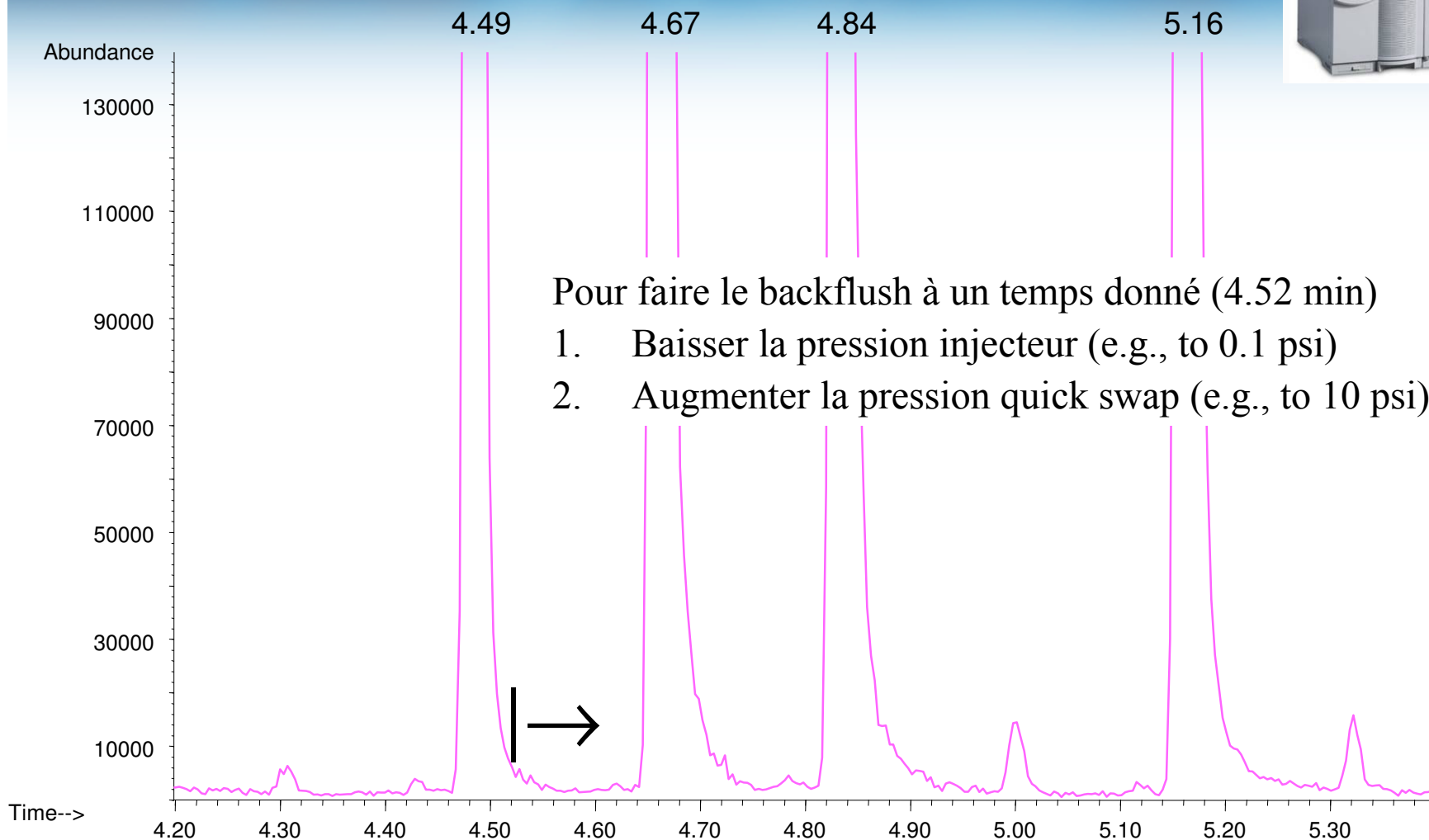
Agilent Technologies

QuickSwap Backflush Run Original



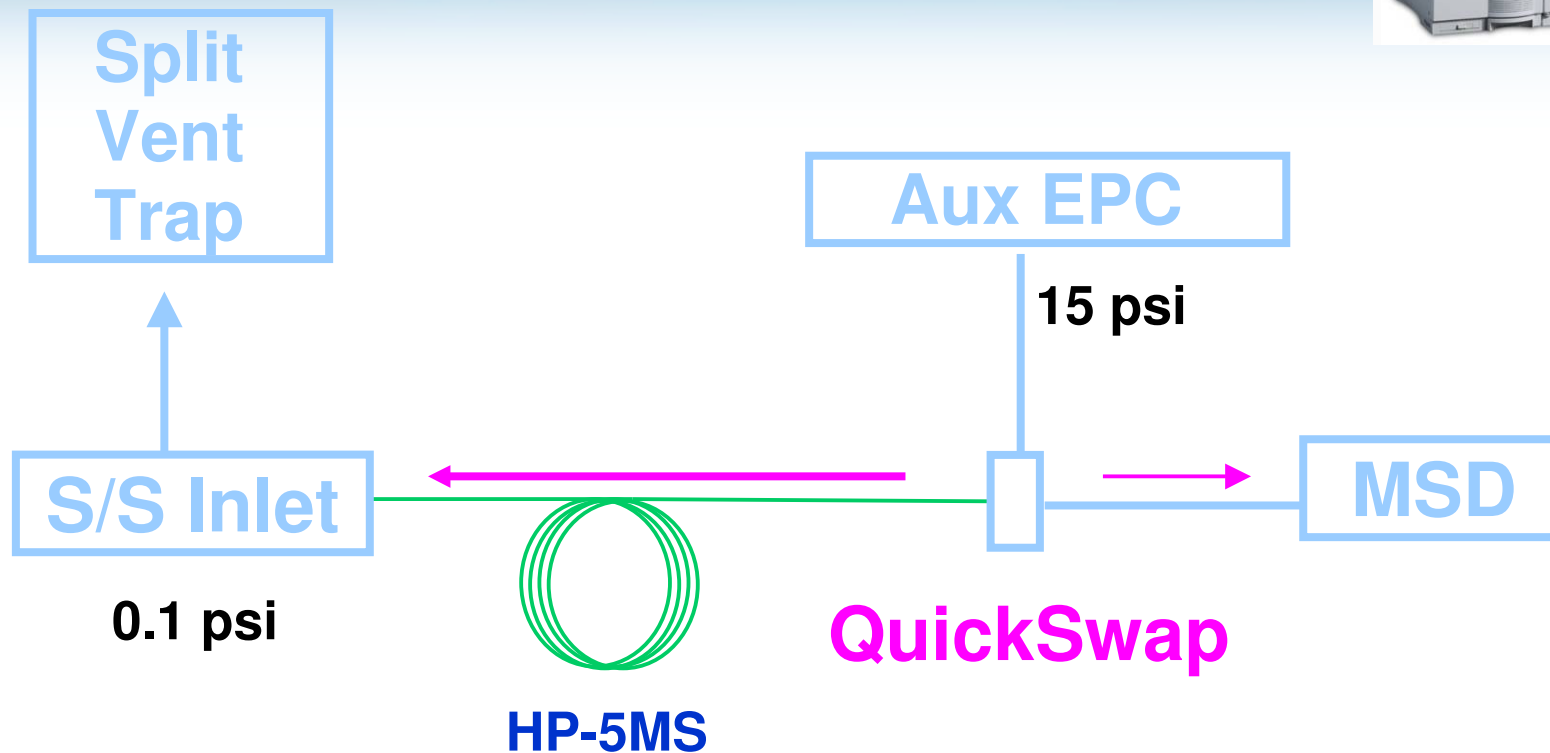
Agilent Technologies

QuickSwap Backflush – Mise en place



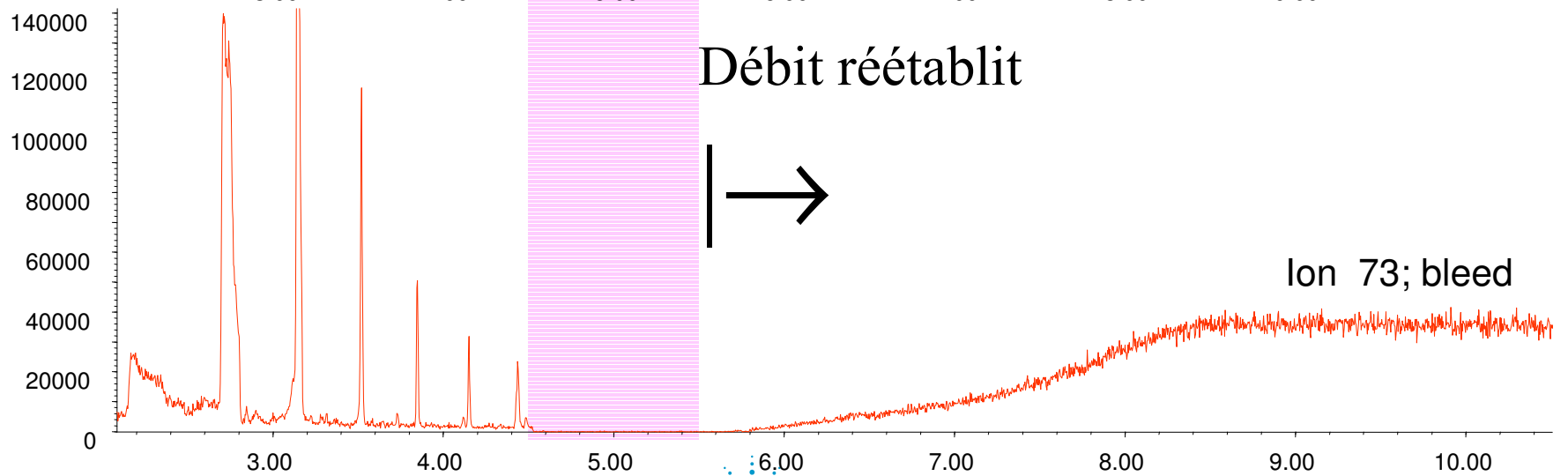
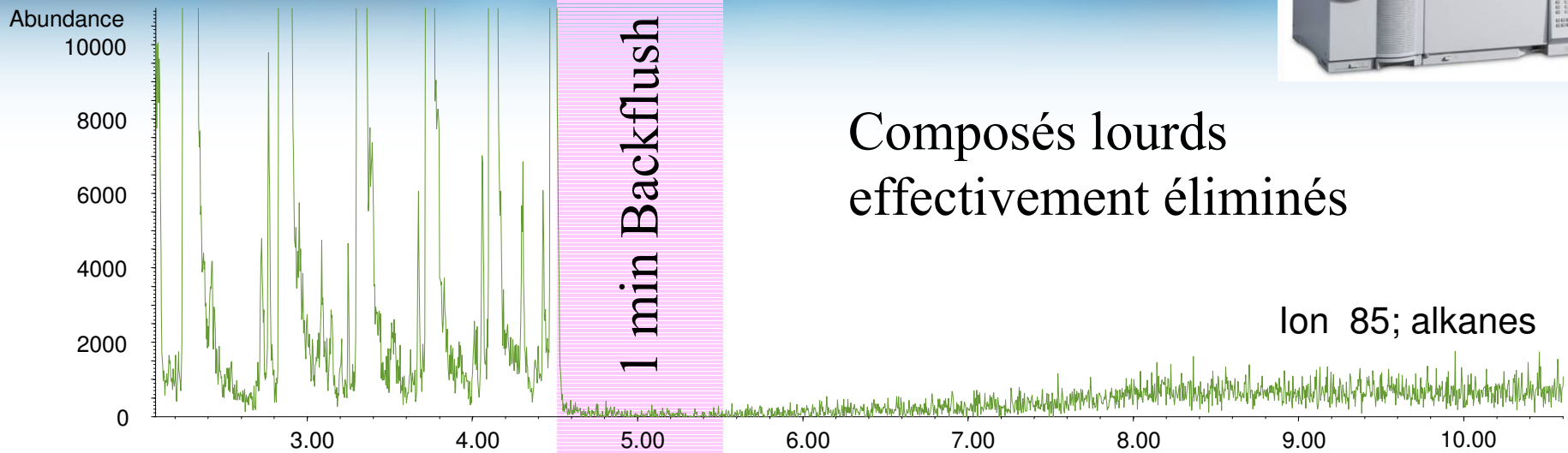
Agilent Technologies

EPC Backflush pour diminuer le temps d'analyse !



Agilent Technologies

Effacité du Backflush

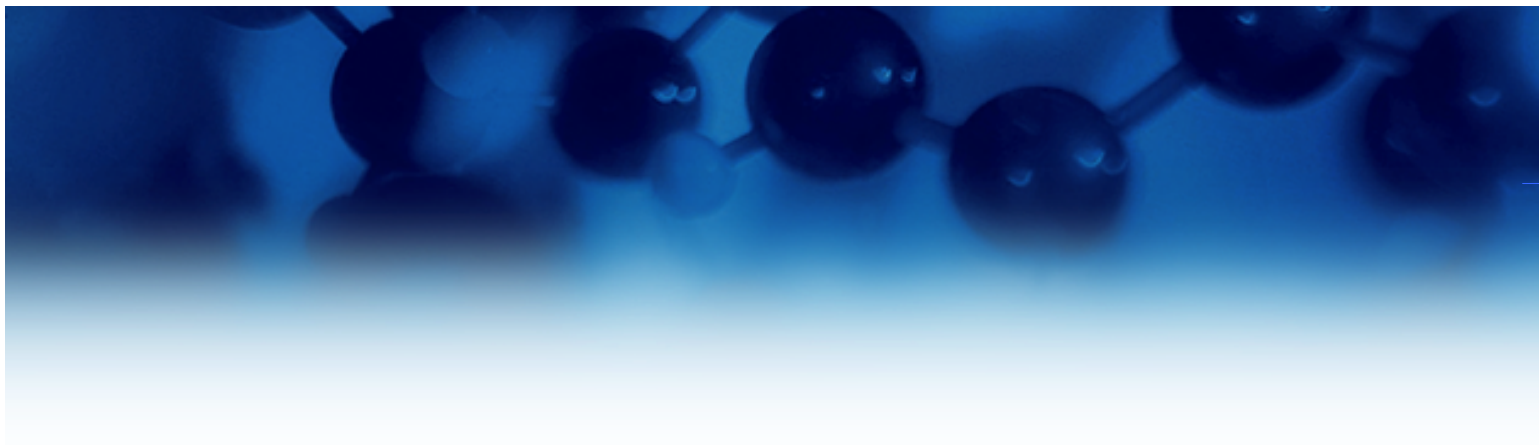


Agilent Technologies

Intérêts du Backflush

- **Meilleure productivité**
 - Temps d'analyse réduit
 - Plus d'échantillons par jour et par instrument
- **Durée de vie de la colonne allongée**
 - Température d'utilisation plus basse
 - Elimination des lourds
- **Moins de bruit de fond chimique**
 - ghost peaks
 - Bleeding colonne
- **Moins de contamination de la source**
 - Intervalles de maintenance rallongés
 - Stabilité des calibrations plus importante



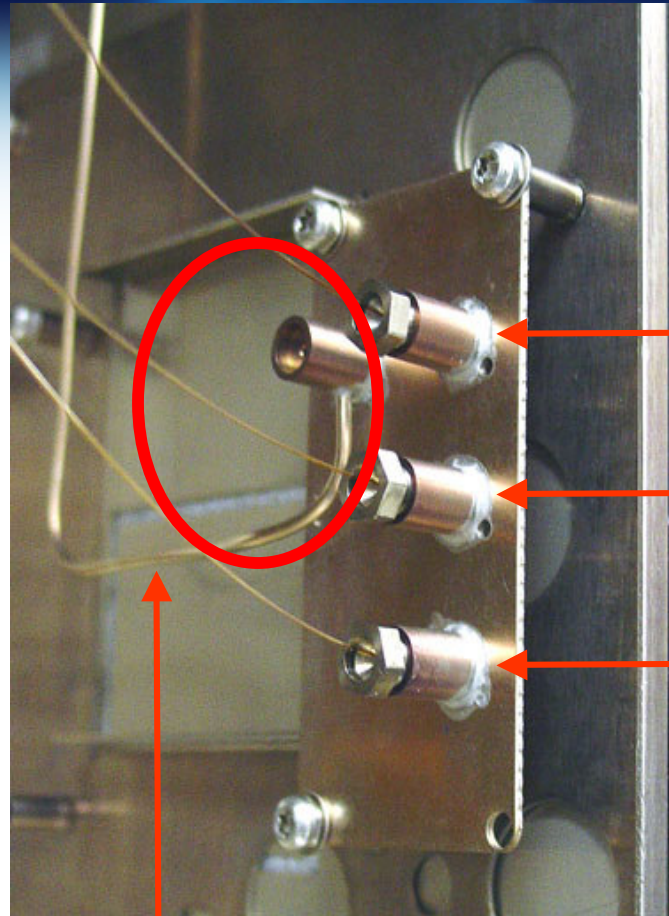


Splitters



Agilent Technologies

Splitter 2 voies avec Purge



Colonne

détecteur GC

MSD

Makeup de l'EPC



Agilent Technologies

Intérêts principaux



- ***Détection multiple***
- ***Meilleure détection des analytes en matrice complexe***
- ***Confirmation simultannée***
- ***Un seul run pour de multiples informations***

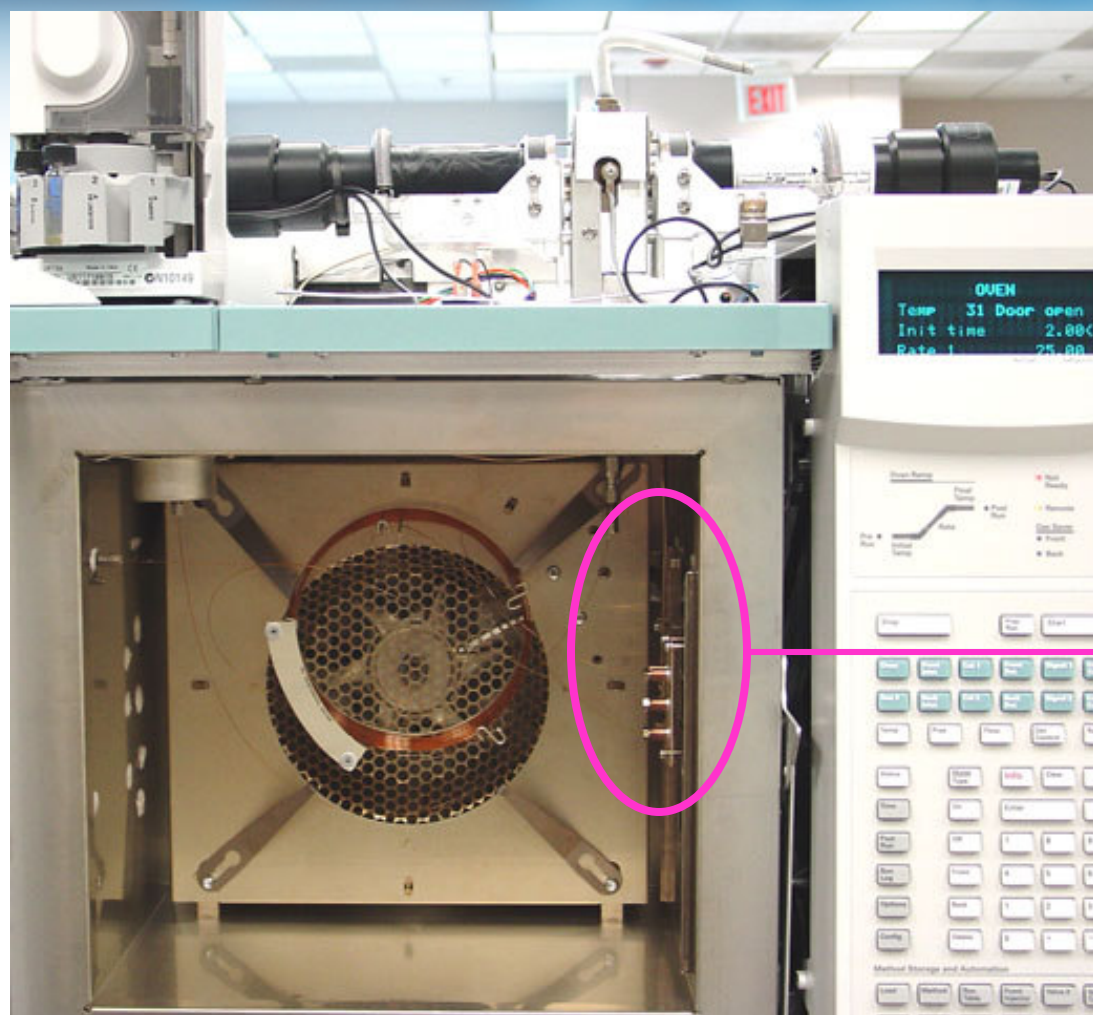


Installation du Splitter

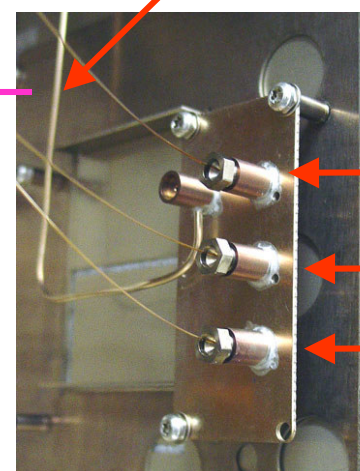


Utilisable à haute température

Utilisation de ferulles siltite



Makeup de l'Aux EPC



Column in

Det 1

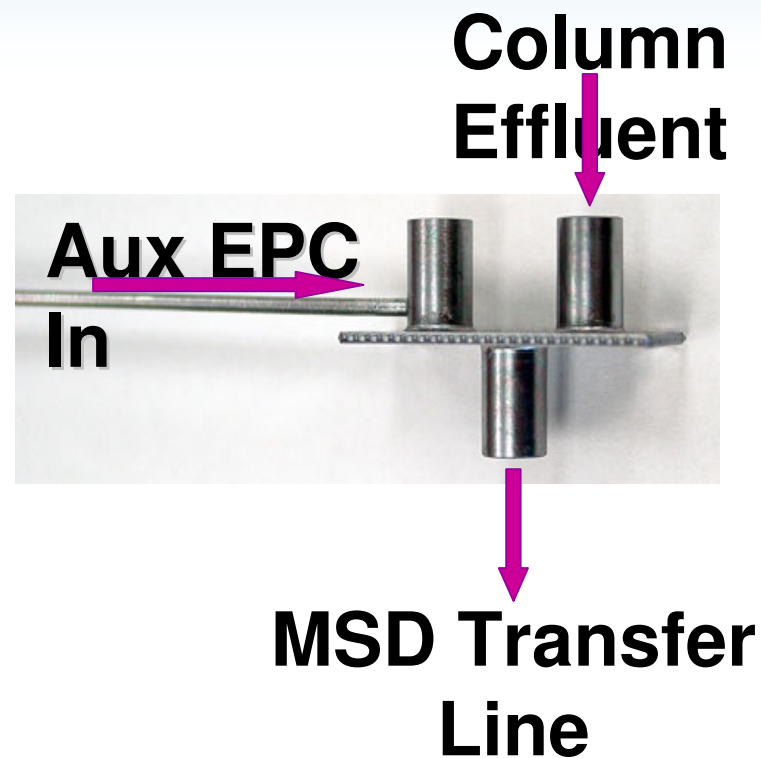
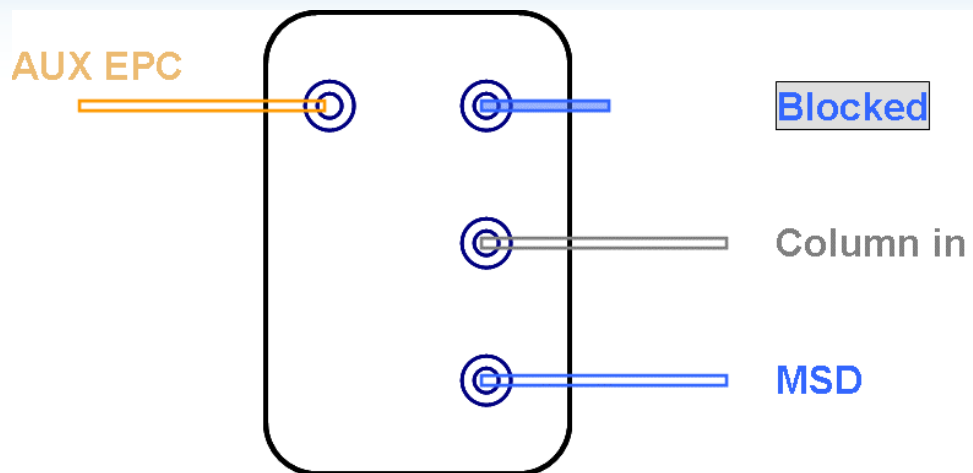
MSD



Agilent Technologies

Mode de fonctionnement du Splitter *

(1) Single Column = Quickswap

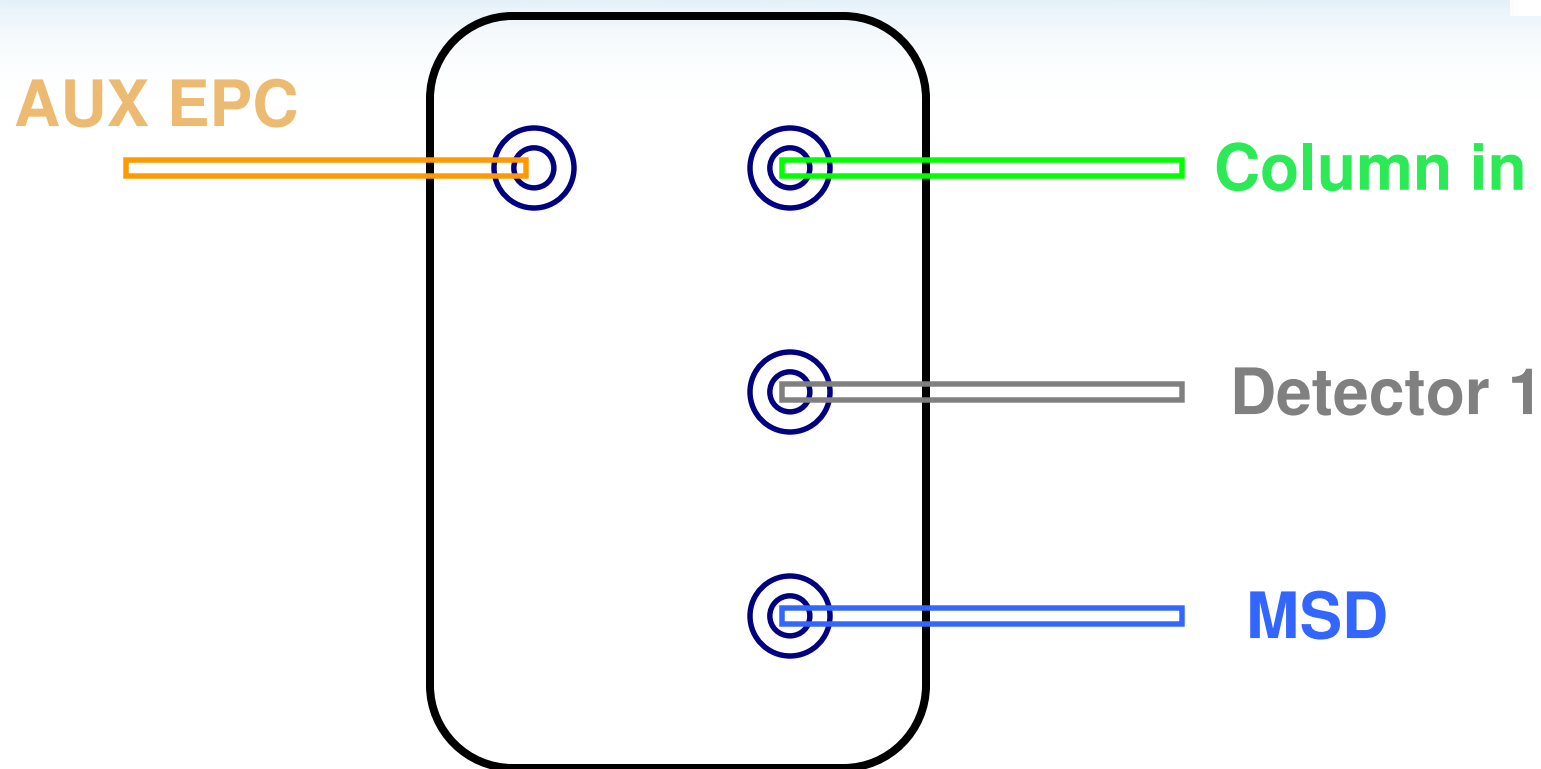


- * Changement de colonne en no-vent
- * Maintenance injecteur sans entrée d'air dans la colonne



Agilent Technologies

Mode de fonctionnement du Splitter (2) Splitter

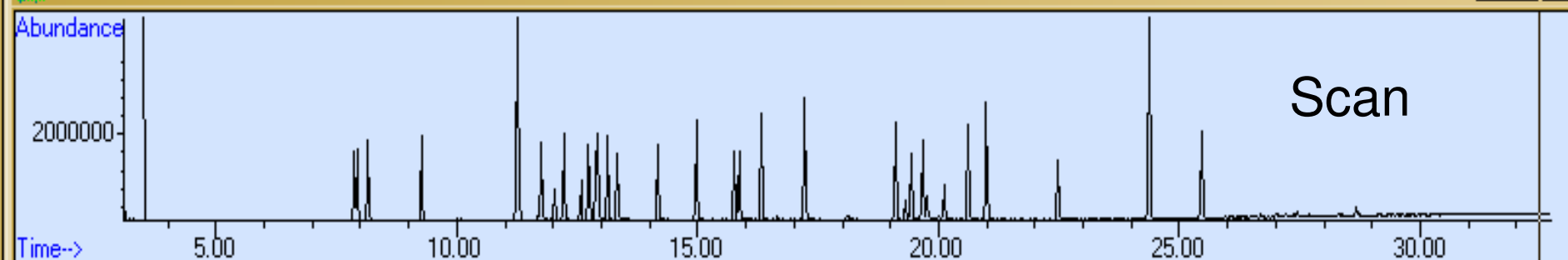


- * Multi détection 2 détecteurs spécifique en une seule injection
- * Signaux alignés et interdépendants

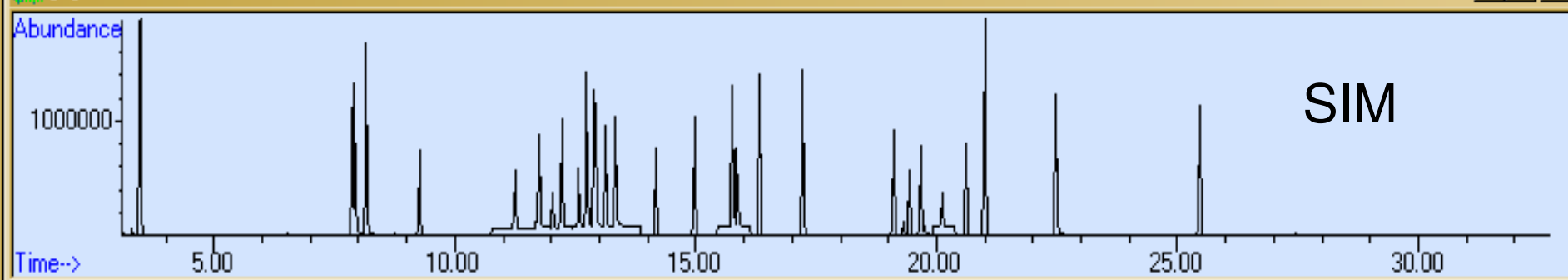


Agilent Technologies

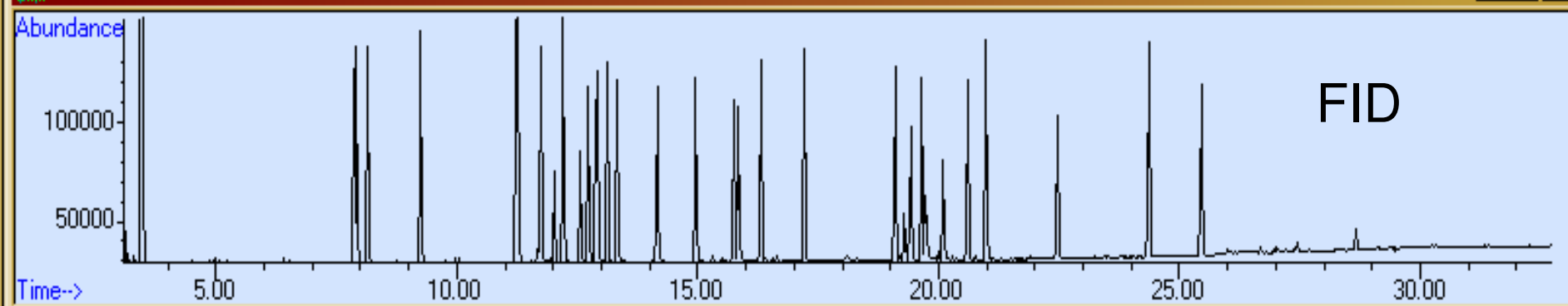
[2] TIC: ALLERGSPLITTER.D\DATA.MS



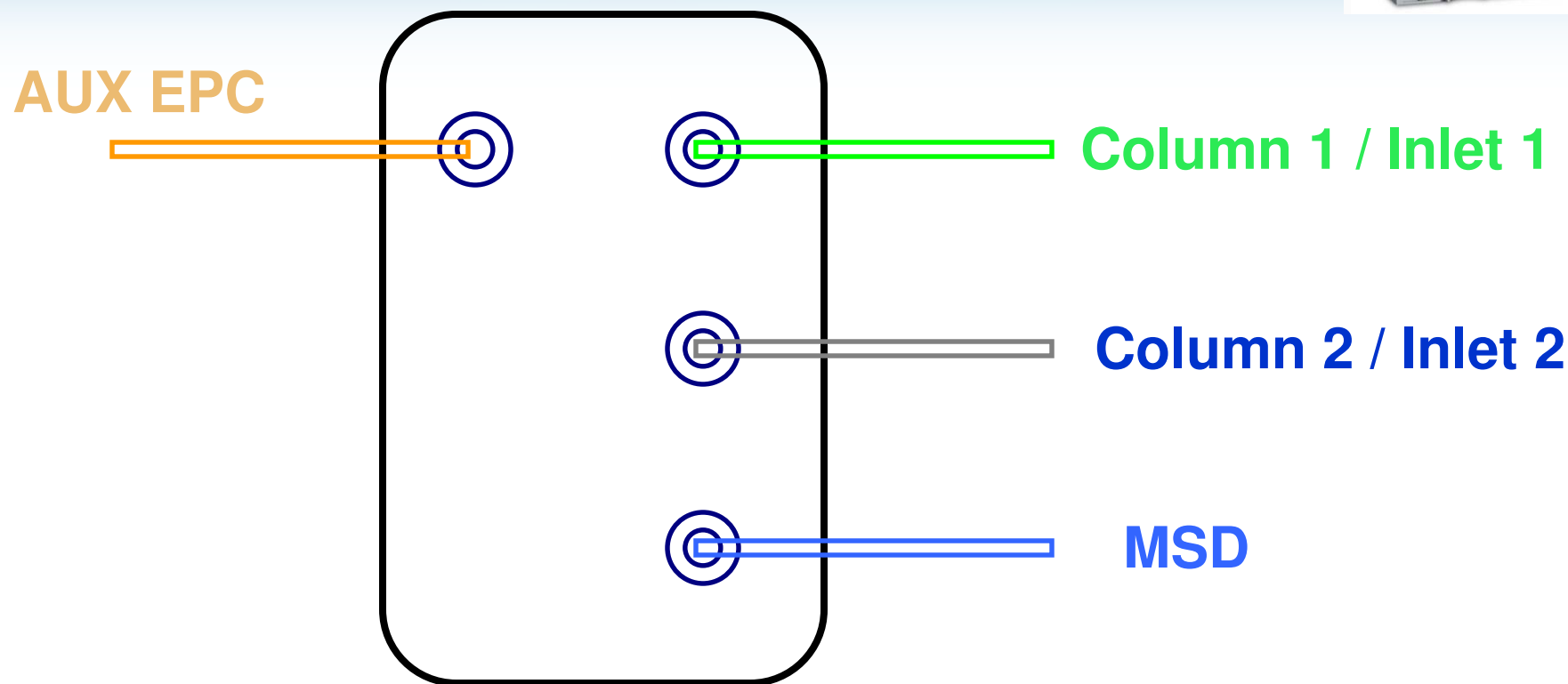
[3] TIC: ALLERGSPLITTER.D\DATASIM.MS



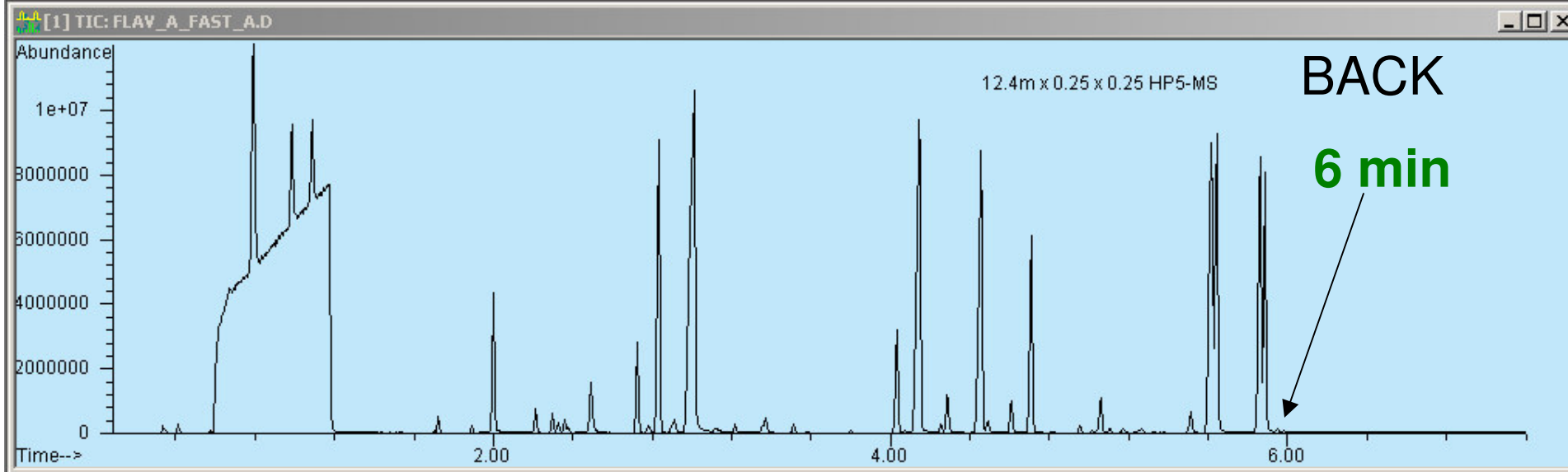
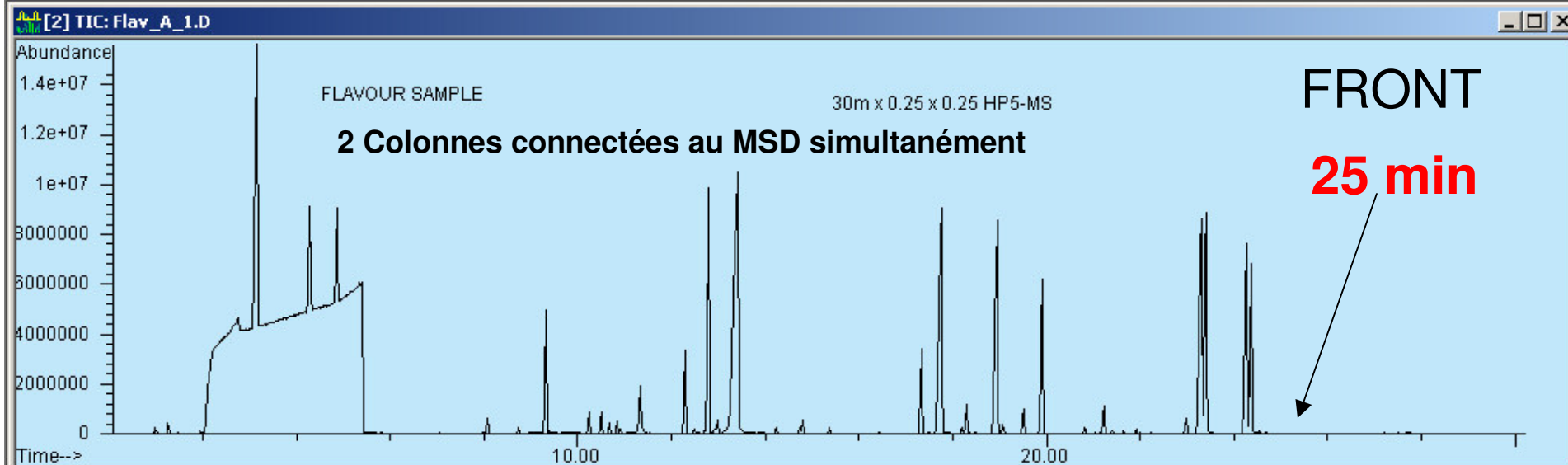
[4] Signal: ALLERGSPLITTER.D\FID1A.CH



Mode de fonctionnement du splitter (3) Dual Column Inlet



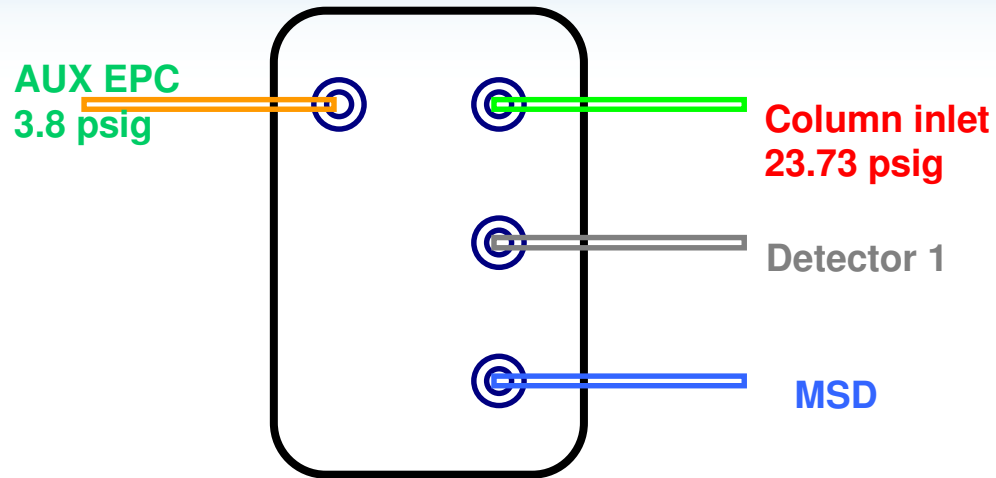
- * Mélange de flux
- * Choix de la colonne utilisée



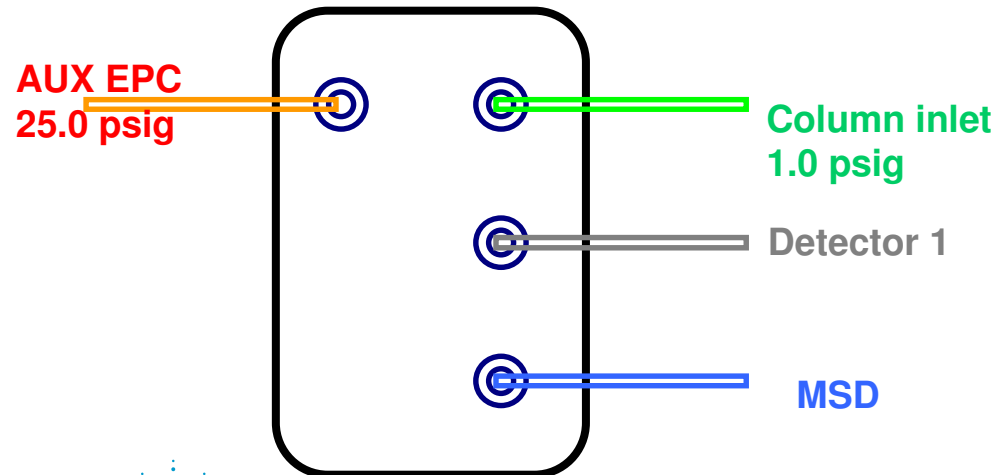
Mode de fonctionnement du Splitter * (4) Splitter avec Backflush



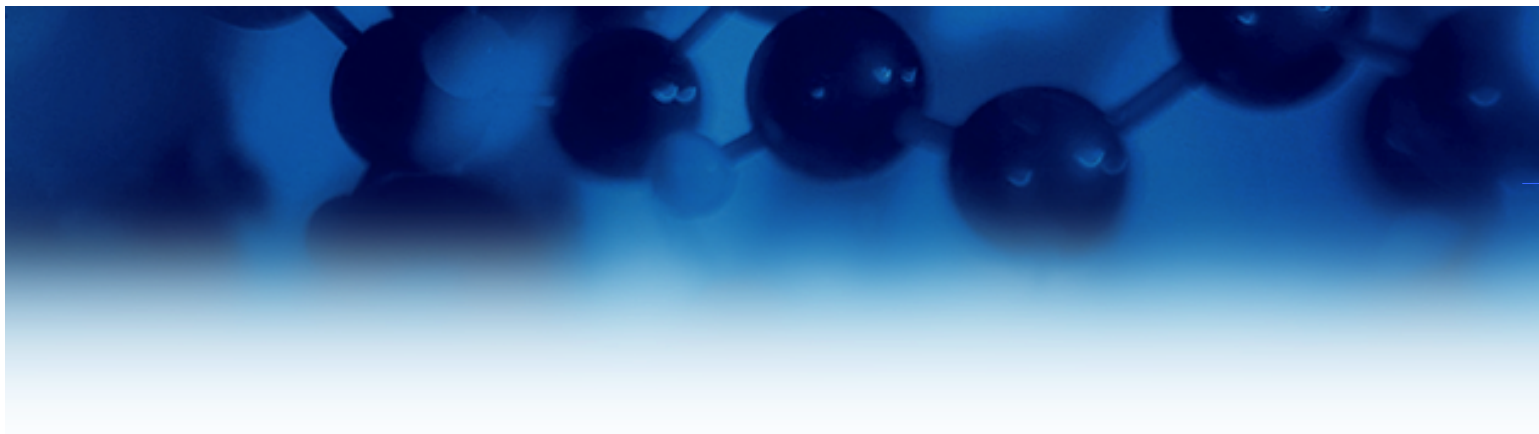
mode acquisition



mode Backflush



Agilent Technologies

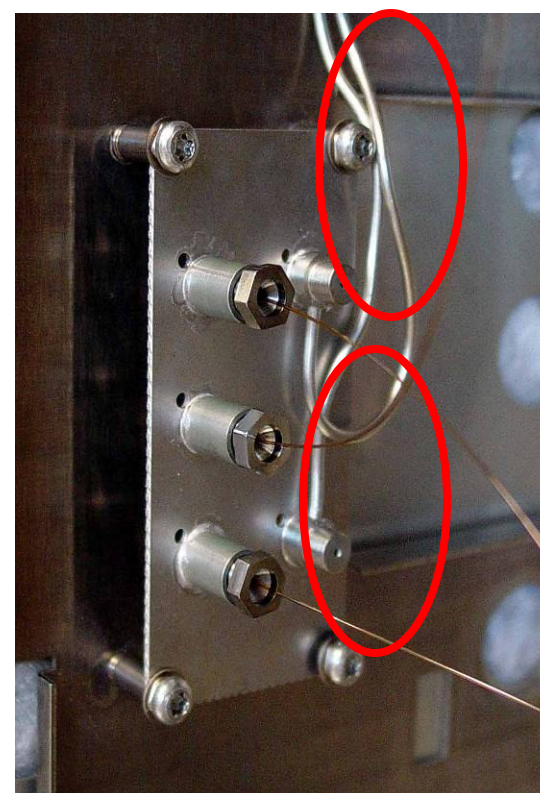
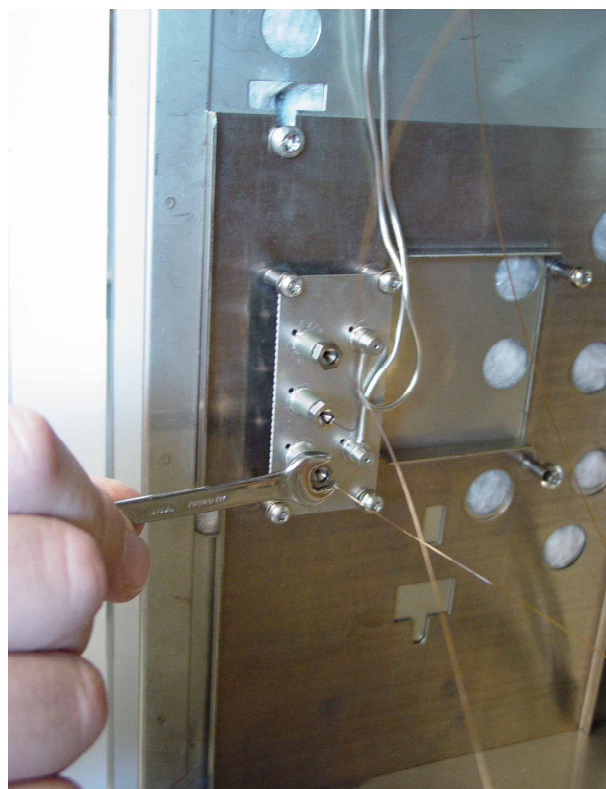


Dean's Switch : Heart Cutting



Agilent Technologies

Installation du Dean's Switch



Agilent Technologies

Applications du Dean's Switch



- ***GC multidimensionnelle***
- ***Heartcutting***
- ***Backflushing***



Agilent Technologies

2D GC – “Logiciel de mise au point”



Agilent Technologies Dean Switch Calculator

Method: 4,6-DMDBT in Diesel

Primary Detector Outlet Pressure: 14.6960 psi | Primary Detector: FID

Restrictor Flow: 3.000 ml/min

Restrictor Length: 0.768 m | Restrictor Diameter: 0.100 mm

Restrictor Holdup Time: 0.0036 min

Oven Temperature: 100 degC

Carrier Gas: Helium | Inlet Pressure: 38.09 psi | Inlet: Split

Pressure Units: psi | Desired Split Ratio: 10

Primary Flow: 2.000 ml/min

Primary Column Length: 15.00 m | Primary Column Diameter: 0.250 mm

Primary Column Type: HP-5, 0.25 um df

Shunt Restrictor Length: 0.500 m | Shunt Restrictor Diameter: 0.250 mm

Equivalent Restrictor Length: 1.000 m | Equivalent Restrictor Diameter: 0.250 mm

PCM: 32.23 psi

Secondary Detector Outlet Pressure: 14.6960 psi | Secondary Detector: FID

Secondary Flow: 3.000 ml/min

Secondary Column Length: 30.00 m | Secondary Column Diameter: 0.250 mm

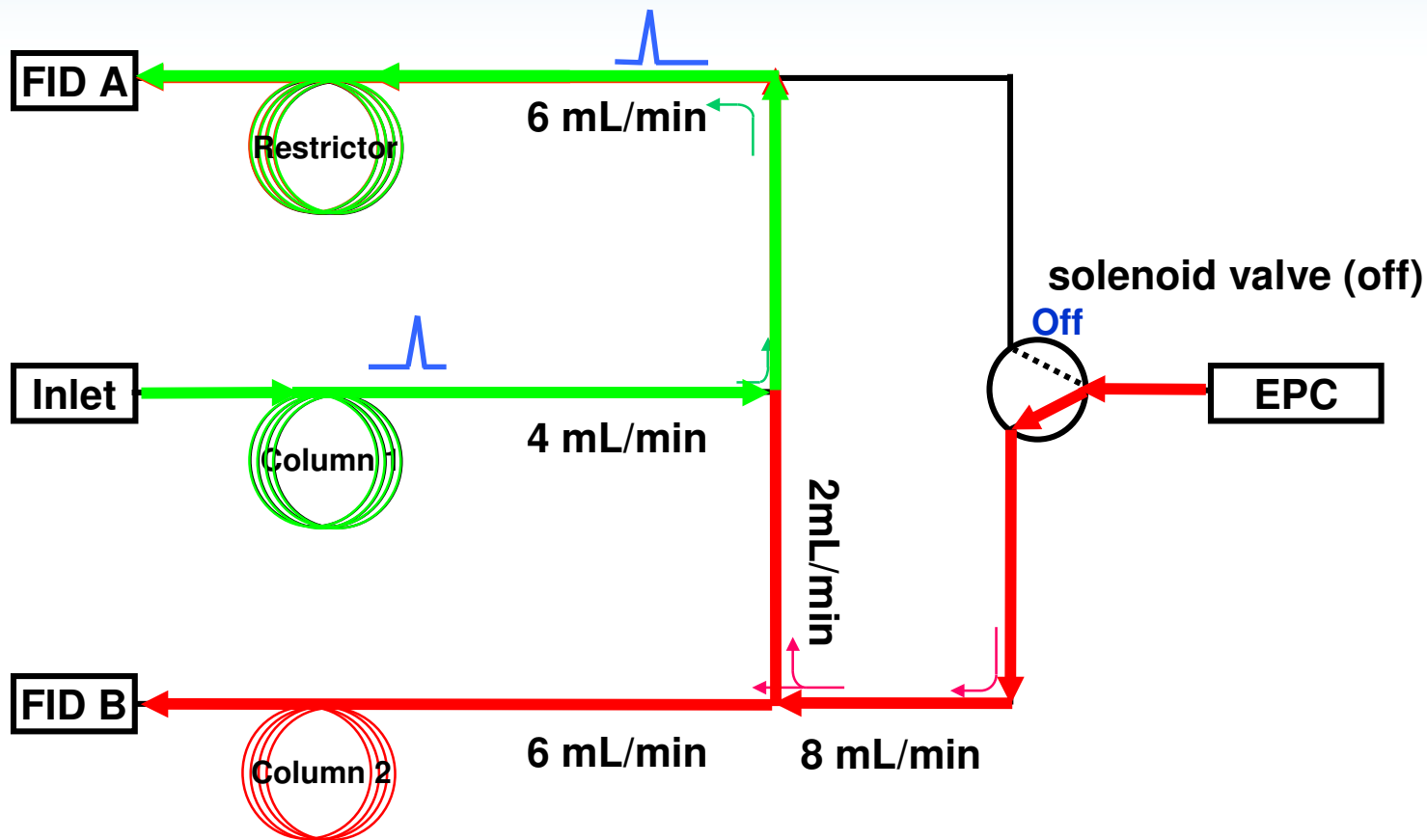
Secondary Column Type: Innowax, 0.25 um df

Comment: Method to measure 4,6-dimethyldibenzothiophene in diesel

Test Release 5

Principe du Heart-Cutting : Etape 1

Valve off: effluent colonne 1 vers FID 1

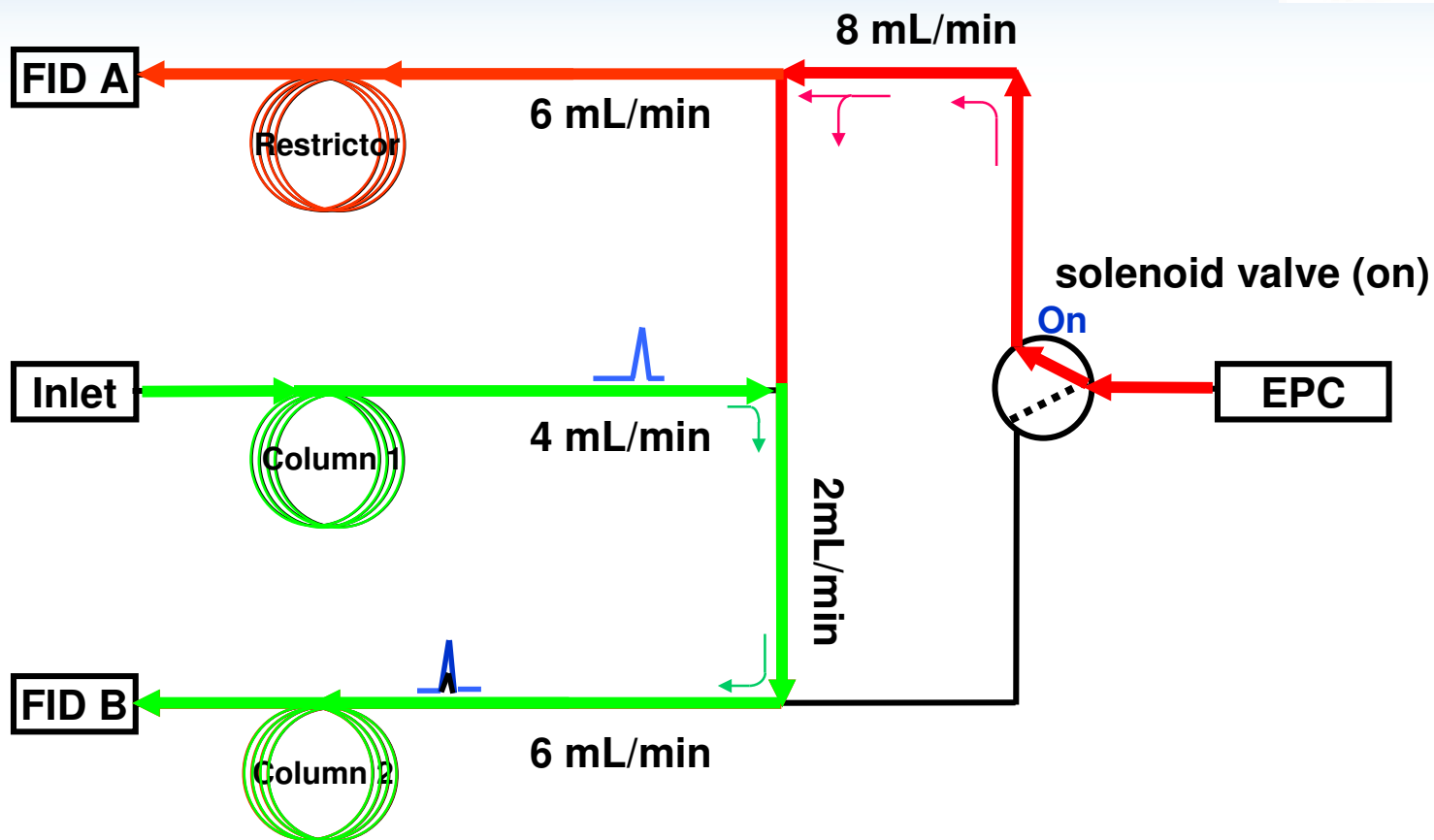


Agilent Technologies

Principe du Heart-Cutting Etape 2



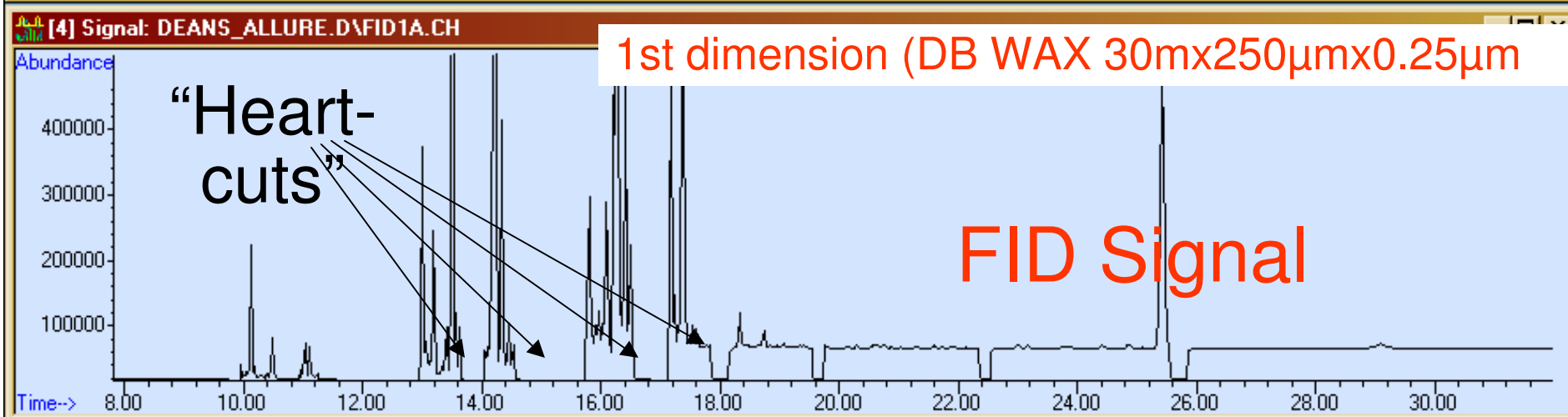
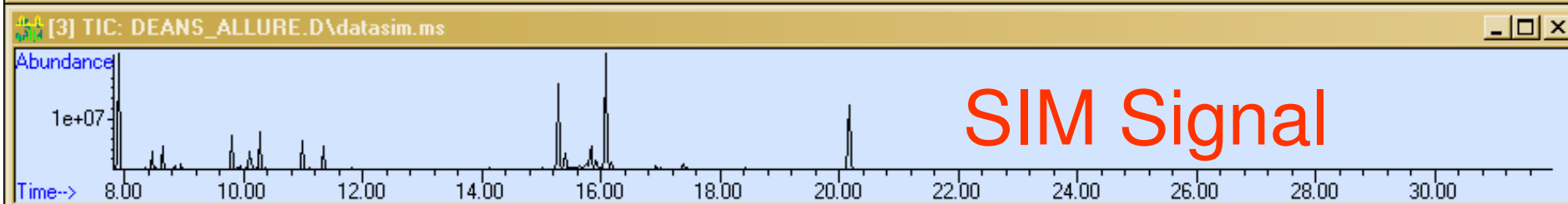
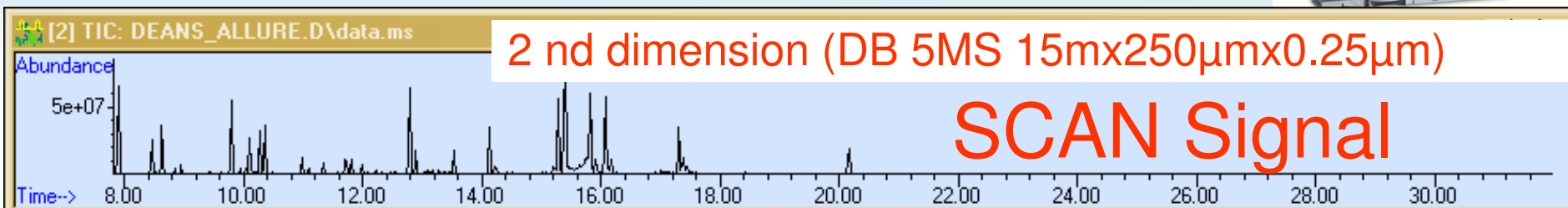
Valve on: heart-cut de la colonne 1 vers la colonne 2

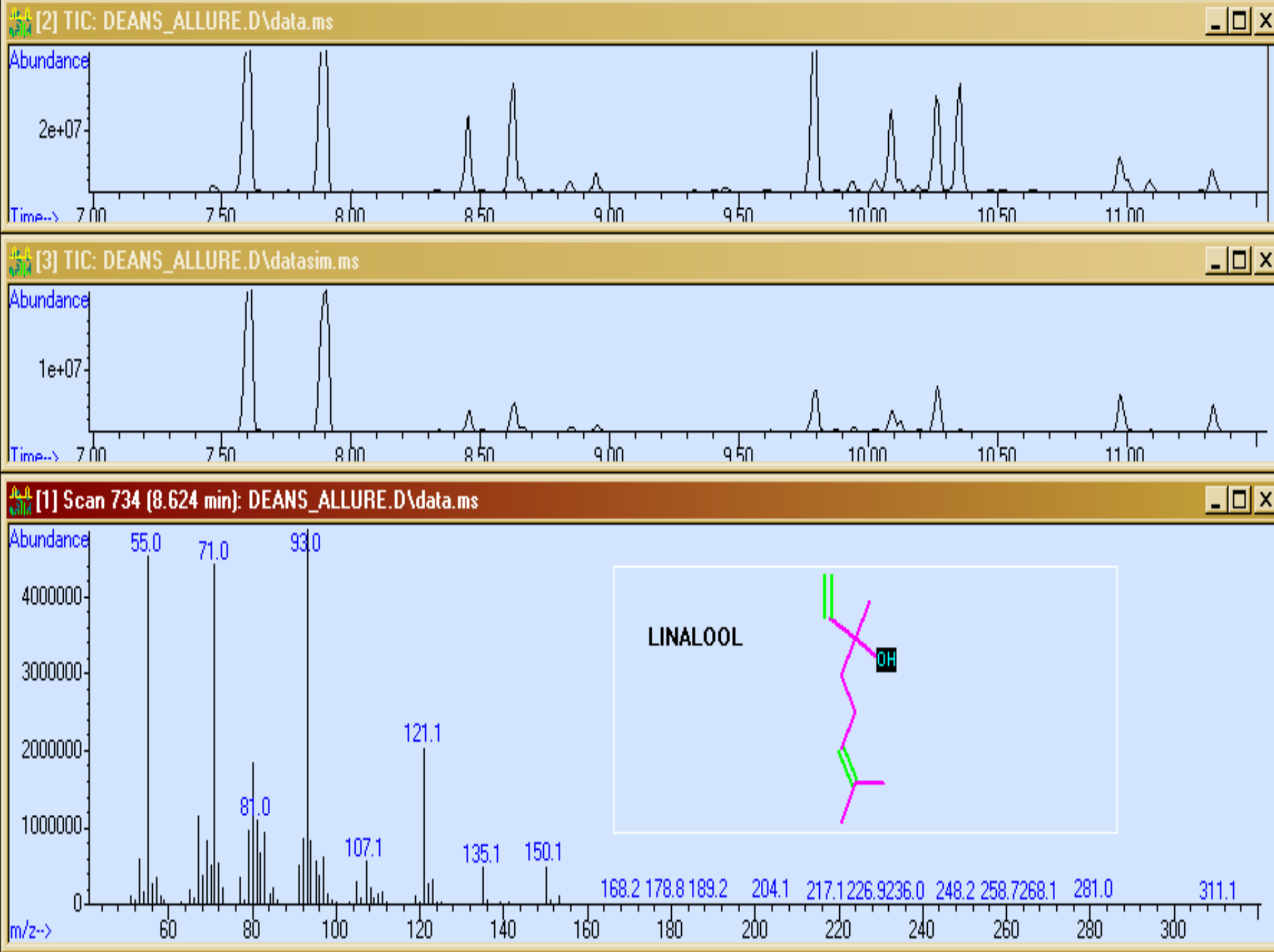


Agilent Technologies

Analyse d'allergènes par GC 2D

12 "Heart cuttings" ont été fait pour identifier les allergènes dans la matrice.





THC dans le sang



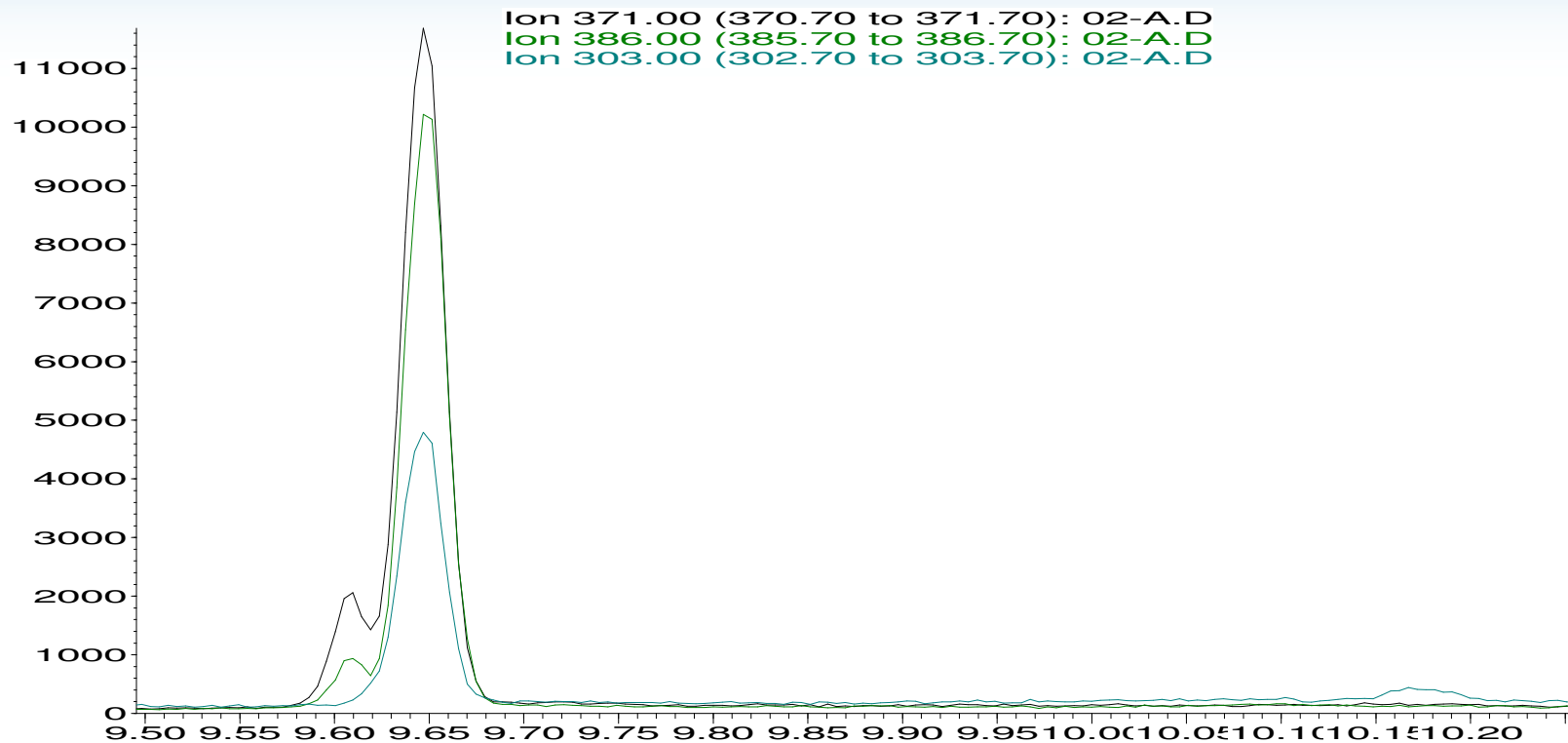
- ***Analyse du THC et de son métabolite acide***
- ***Dérivation TMS***
- ***RTX-200 (first dim.) → DB17ms (2nd dim)***



Résolution inadéquate DB-17ms → DB-1ms



Abundance



Time-->



Agilent Technologies

Deans Calculator



Agilent Technologies Dean Switch Calculator

Method: RTX200 - DB17

Version A.01.01

Primary Detector Outlet Pressure: 14.6960 psi

Primary Detector: FID

Restrictor Flow: 2.000 ml/min

Restrictor Length: 0.298 m

Restrictor Diameter: 0.100 mm

Restrictor Holdup Time: 0.0012 min

Oven Temperature: 200 degC

Carrier Gas: Helium

Inlet Pressure: 40.99 psi

Pressure Units: psi

Primary Flow: 1.000 ml/min

Primary Column Length: 18.00 m

Primary Column Diameter: 0.180 mm

Primary Column Type: RTX-200

Shunt Restrictor Length: 1.000 m

Shunt Restrictor Diameter: 0.100 mm

Equivalent Restrictor Length: 1.000 m

Equivalent Restrictor Diameter: 0.250 mm

PCM Pressure: 16.98 psi

Secondary Detector Outlet Pressure: 0.0000 psi

Secondary Detector: MS (Turbo)

Secondary Flow: 2.000 ml/min

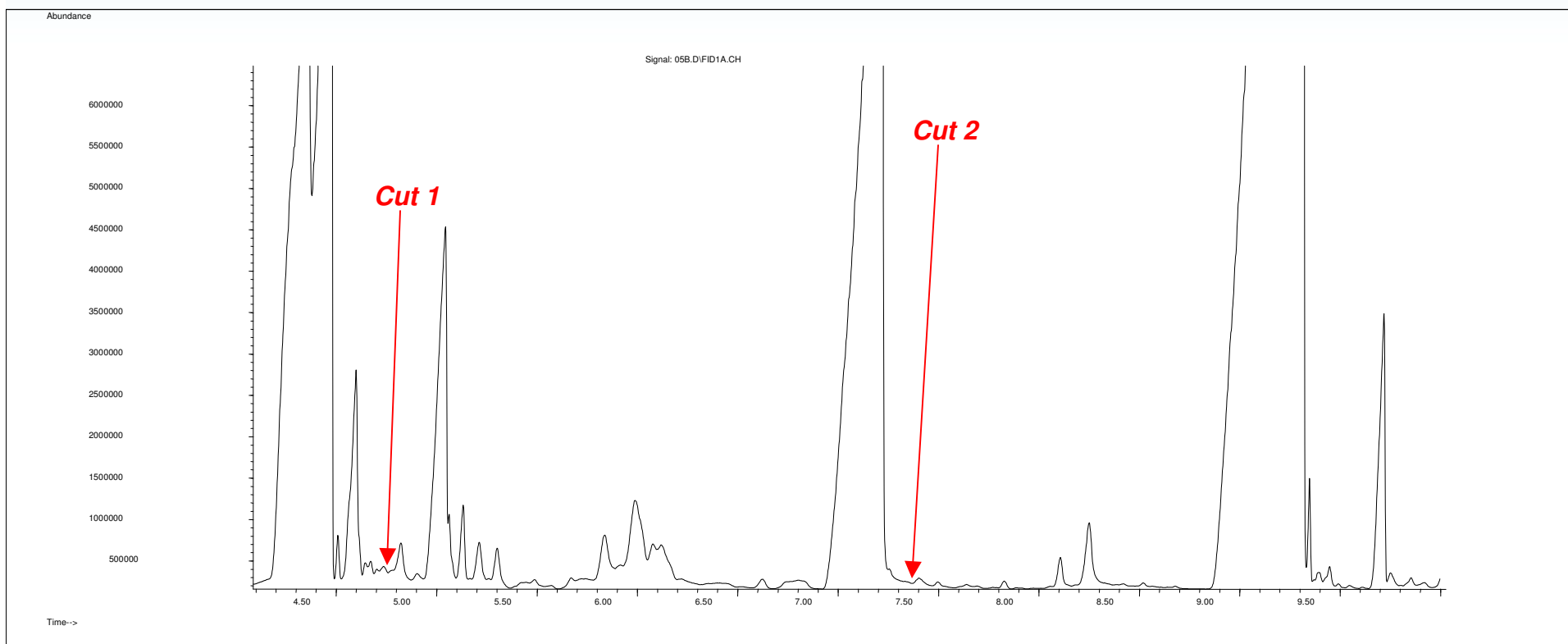
Secondary Column Length: 15.00 m

Secondary Column Diameter: 0.250 mm

Secondary Column Type: DB-17

Comment:

Signal FID du Deans Switch sans cuts vers la colonne secondaire



Agilent Technologies

Programmation des temps de cut



Instrument | Edit | Runtime: (6890)

Oven Temp

Temperature (°C)

Time (min.)

Plot...

Injector Valves Inlets Columns Oven Detectors Signals Aux Runtime Options

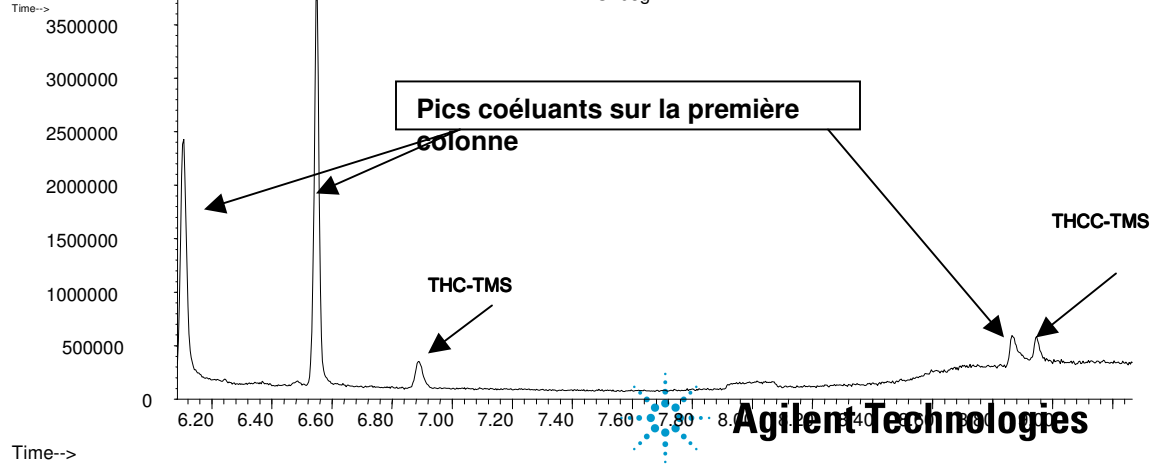
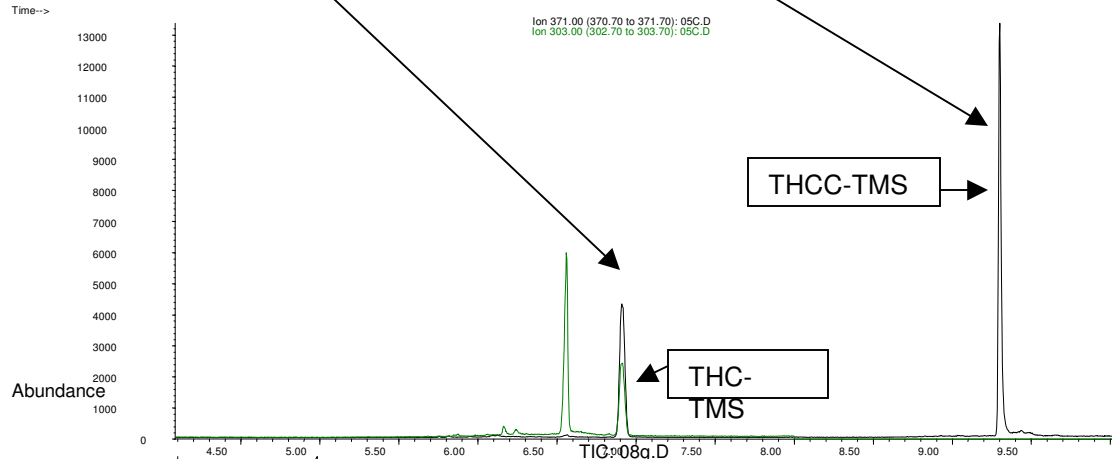
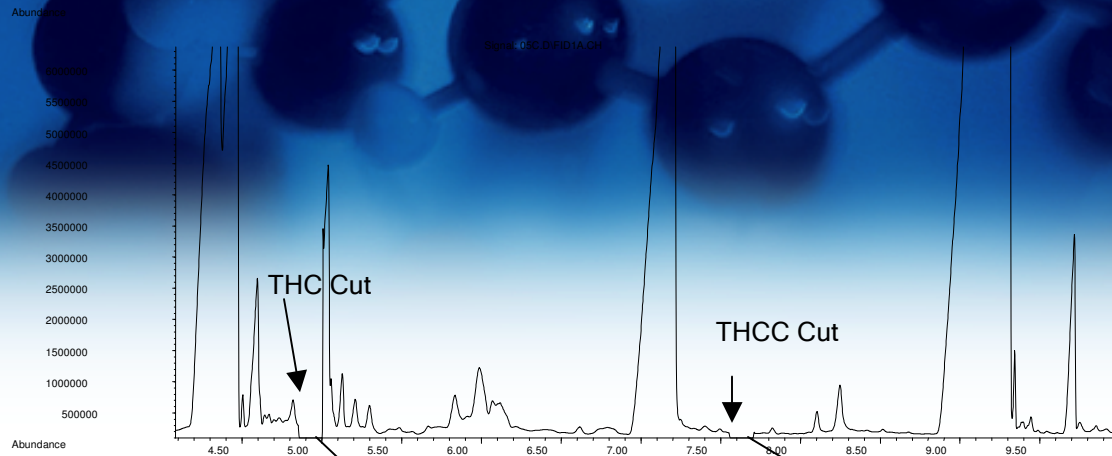
Time (min)	Specifier	Parameter	Setpoint
0	Valve	1	Off
0.00	Valve	1	Off
4.85	Valve	1	On
5.00	Valve	1	Off
7.55	Valve	1	On
7.70	Valve	1	Off

Apply OK Cancel

Clear All Delete Replace Add Help



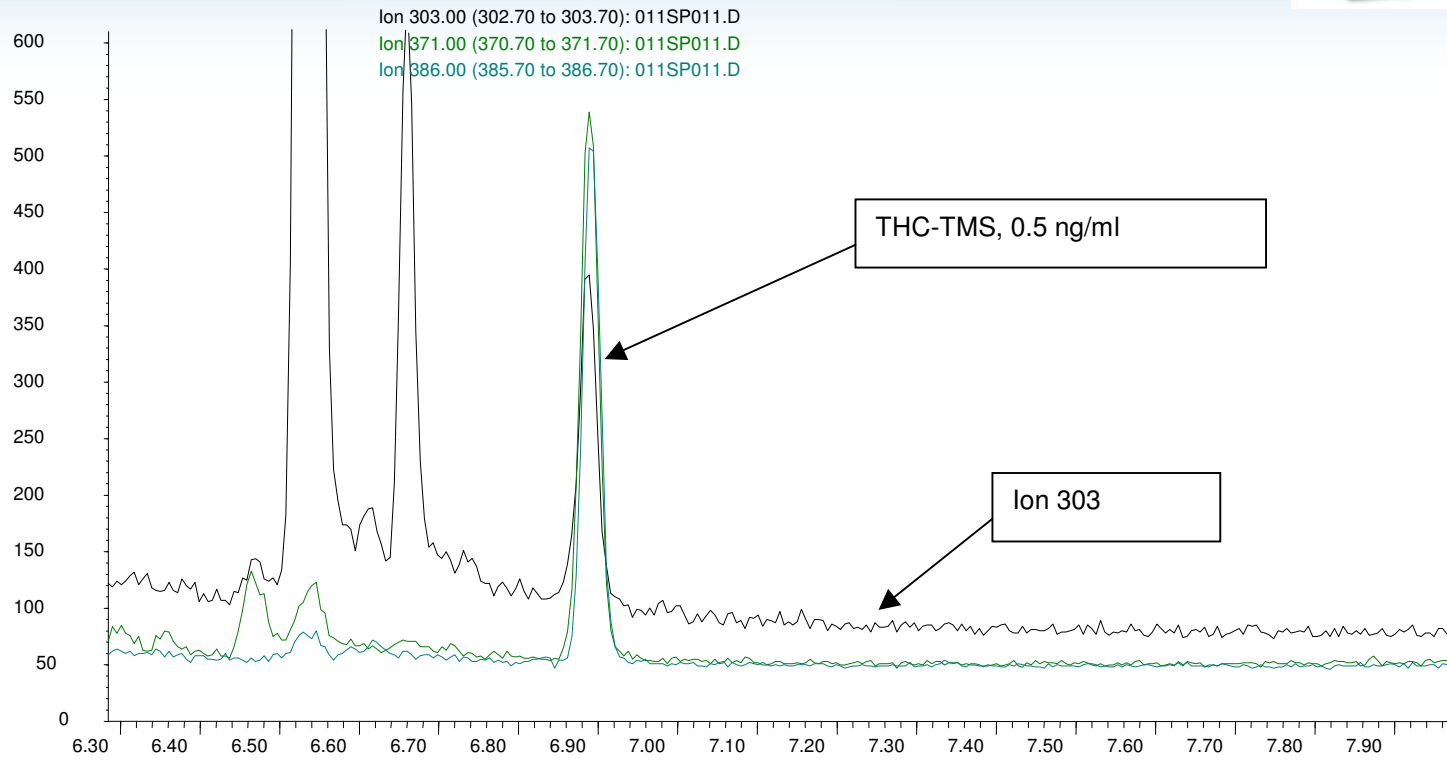
Agilent Technologies



0.5 ng/ml THC-TMS dans le sang !!



Abundance



Agilent Technologies



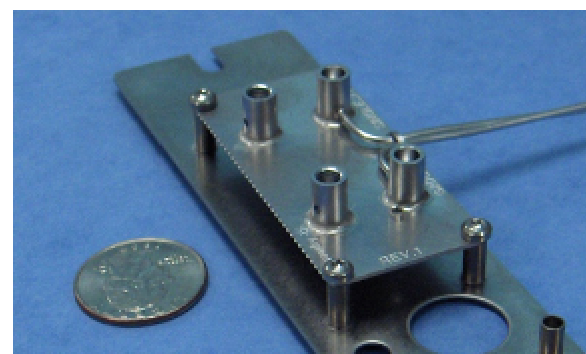
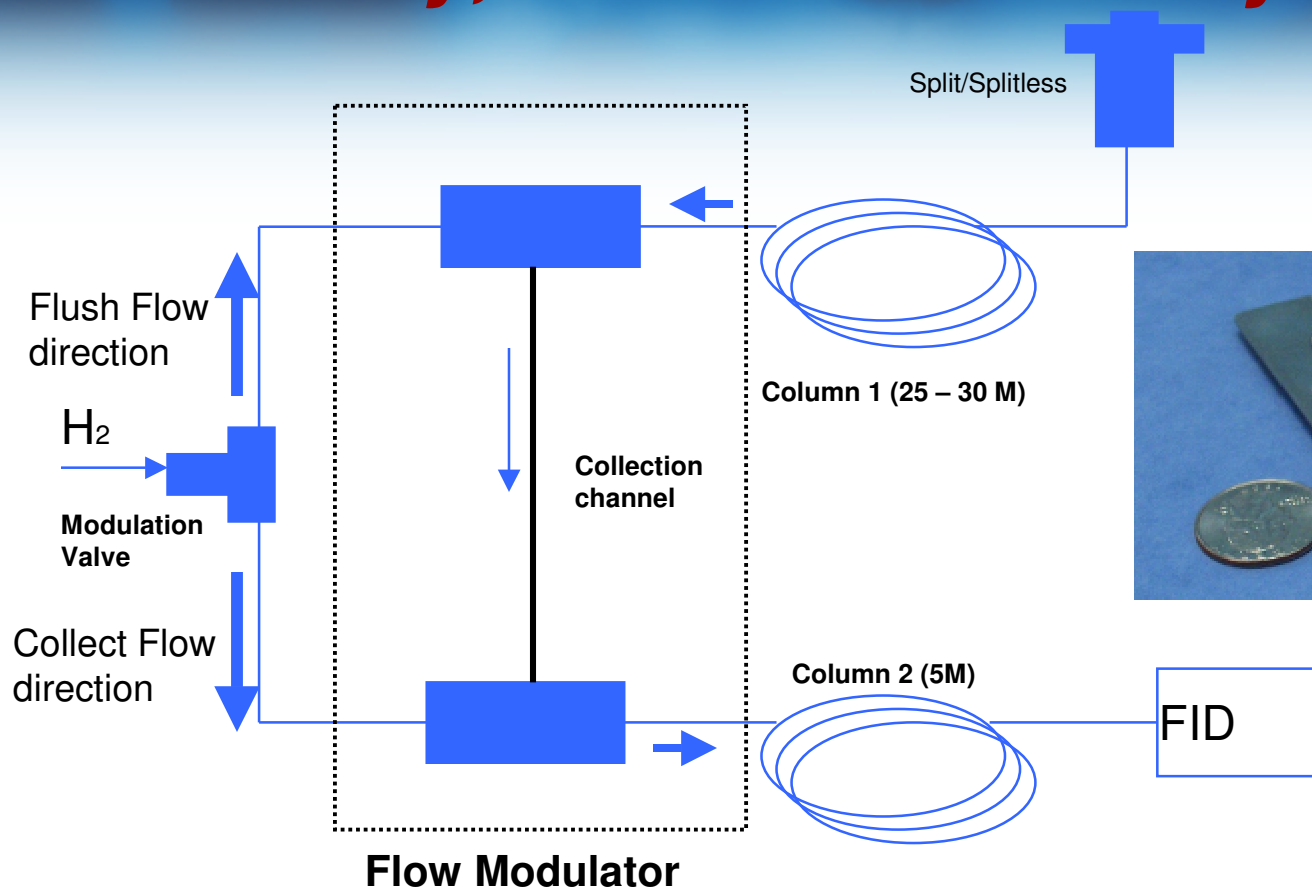
GC Compréhensive : GC x GC



Agilent Technologies

Modulateur de Flux - Agilent 's design

John V. Seeley, Oakland University



Le modulateur de flux élimine le besoin de cryo. La compression de l'échantillon est faite par les rapports de flux dans la boucle de collection. celui-ci est très rapidement injecté dans la 2ème col.; ce qui résulte en un pic très fin et intense.



Agilent Technologies

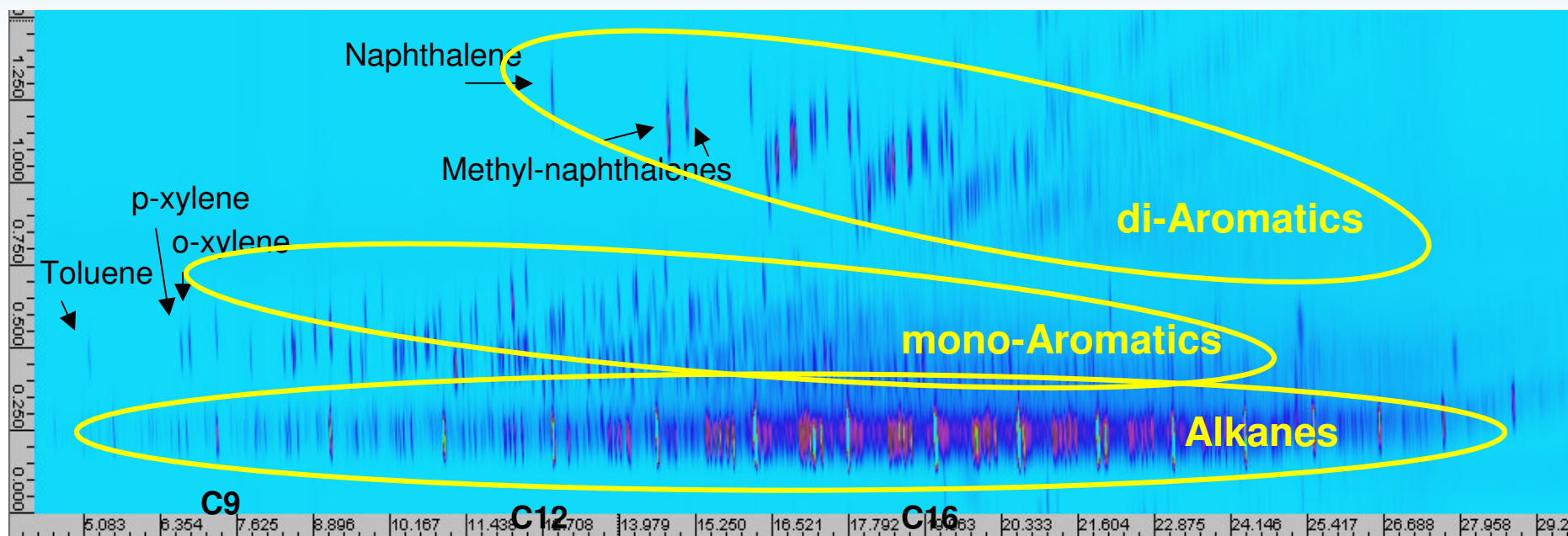
Agilent : Modulation de Flux GC x GC



- **Contrôle robuste:** Basé sur la technologie de flux capillaire, facile à utiliser, chromatographie à très haute performance et fiable.
- **Pas besoin de cryogénie:** la modulation de flux signifie pas de N2 liquide ou de CO2
- **7890A Permet GC x GC:** optimisé pour la technologie de flux capillaire, la synchronisation des évènements de temps périodiques assure une parfaite modulation, le contrôle se fait par une carte électronique.
- **La résolution est comparable sans emploi de N2:** Très petits volumes mort et contrôle de flux précis ce qui résulte en un minimum d'élargissement des pics La largeur des pics de la 2eme col. est de l'ordre 70 à 100 ms à mi-hauteur.
- **Sensibilité:** du même ordre que les systèmes à modulation cryogénique
- **Débits:** des débits différents sont appliqués sur les deux colonnes



Modulation de Flux: (GC x GC) Gazole: 7890A



GC x GC Chromatogramme:

- montrant la distribution normale selon les températures d'ébullition (1^{er} dim.)
 - montrant la distribution selon la polarité (2^{ème} dim.)
 - les classes d'hydrocarbures par groupes



Agilent Technologies



Autres exemples

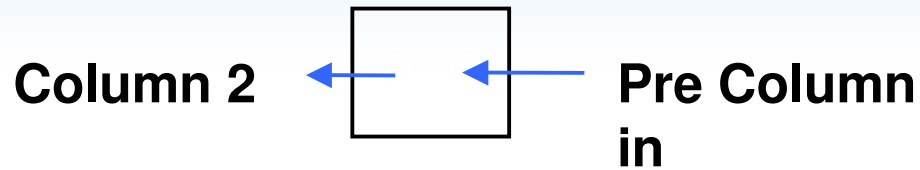


Agilent Technologies

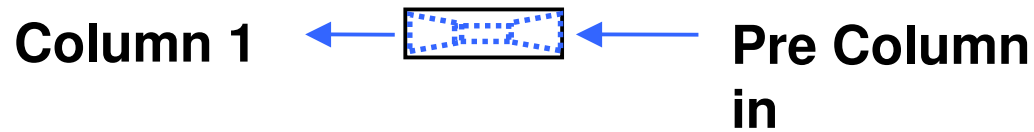
Connecteurs de colonnes capillaires



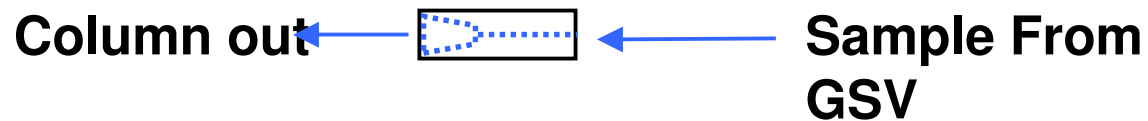
CPM Microfluidic Plate



G3182-61580 Ultimate Union



G5180-61060 Tube Connector

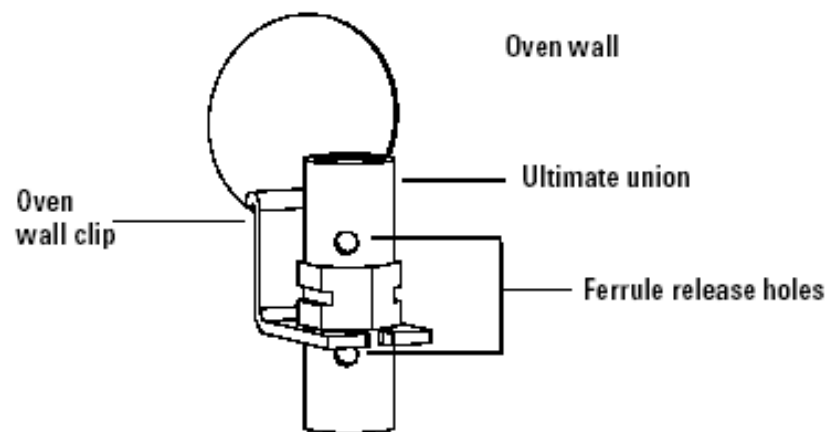


Column Union kits G3182-61580(Siltek) and G3182-61581(non-deactivated)



Connections de colonnes capillaires

Wall clip and union

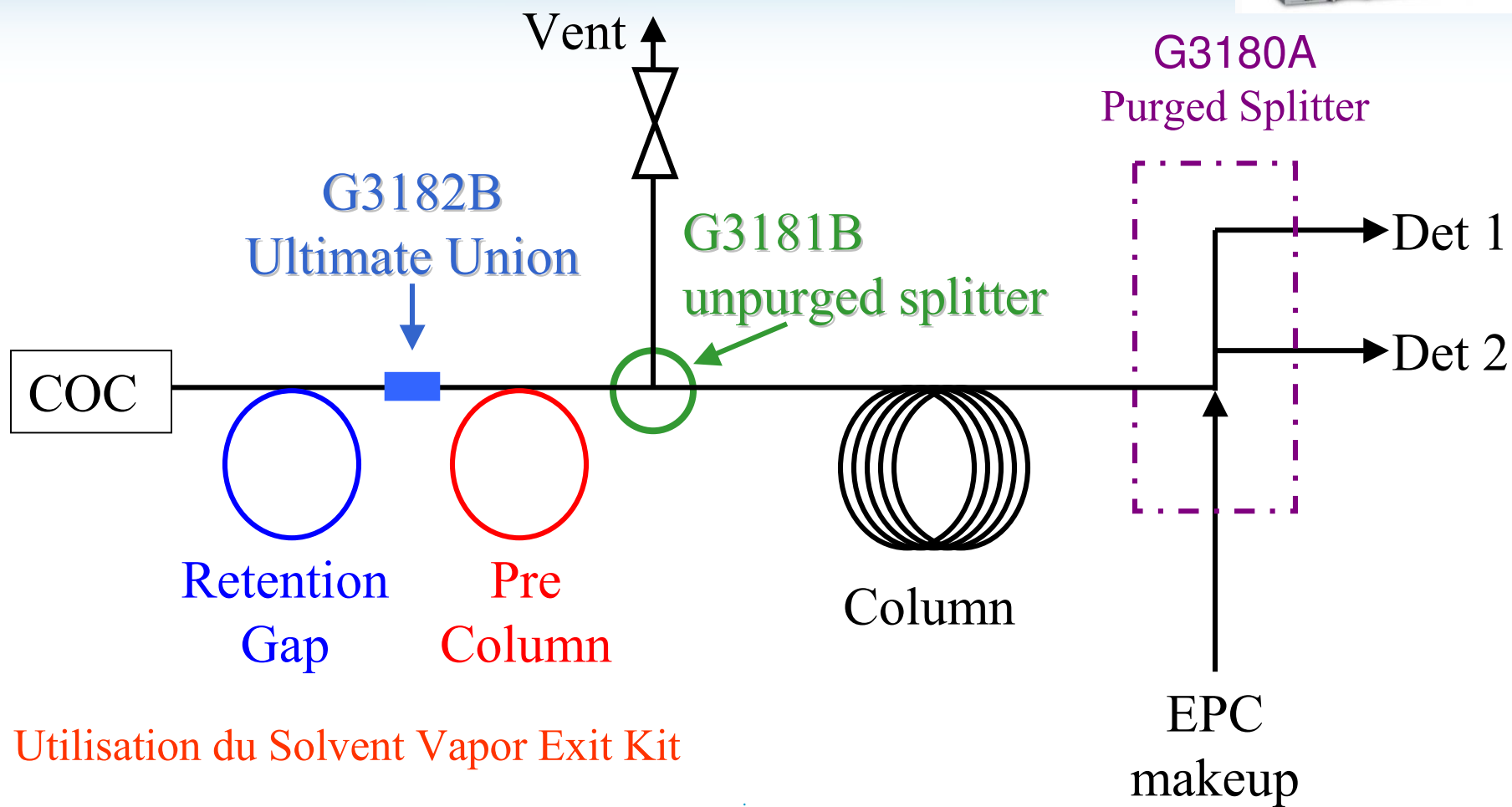


Part number	Ferrule description
5188-5361	SilTite ferrules, 0.1- to 0.25-mm columns, pkg of 10
5188-5362	SilTite ferrules, 0.32-mm columns, pkg of 10
5188-5363	SilTite ferrules, 0.53-mm columns, pkg of 10



Agilent Technologies

LVI COC SVE avec Backflush



Utilisation du Solvent Vapor Exit Kit



Agilent Technologies

3-Way Splitter avec Purge



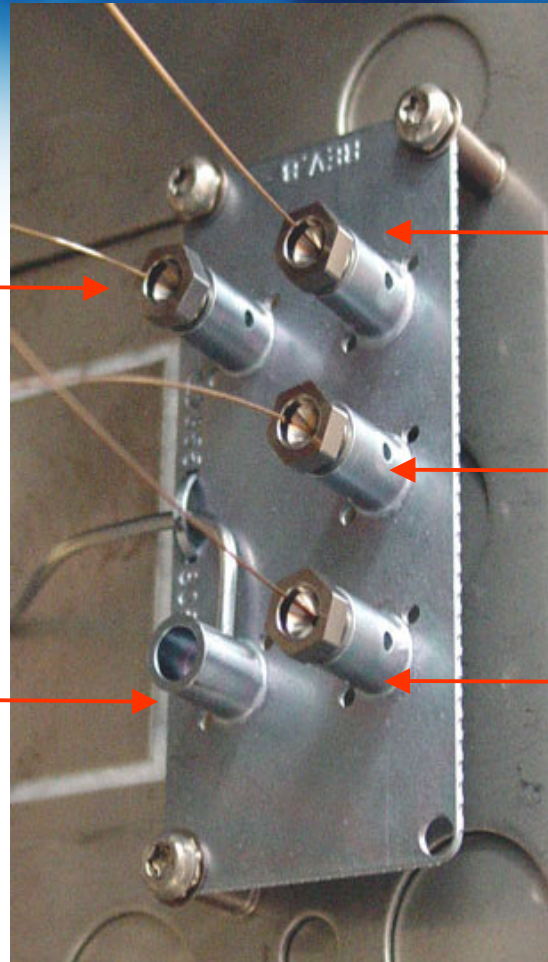
**Detector 3
out**

**Detector 2
out**

**Detector 1
out**

**Aux EPC
in**

**Column 1
in**



1 injection → 3 Detecteurs



Agilent Technologies



Merci



Agilent Technologies