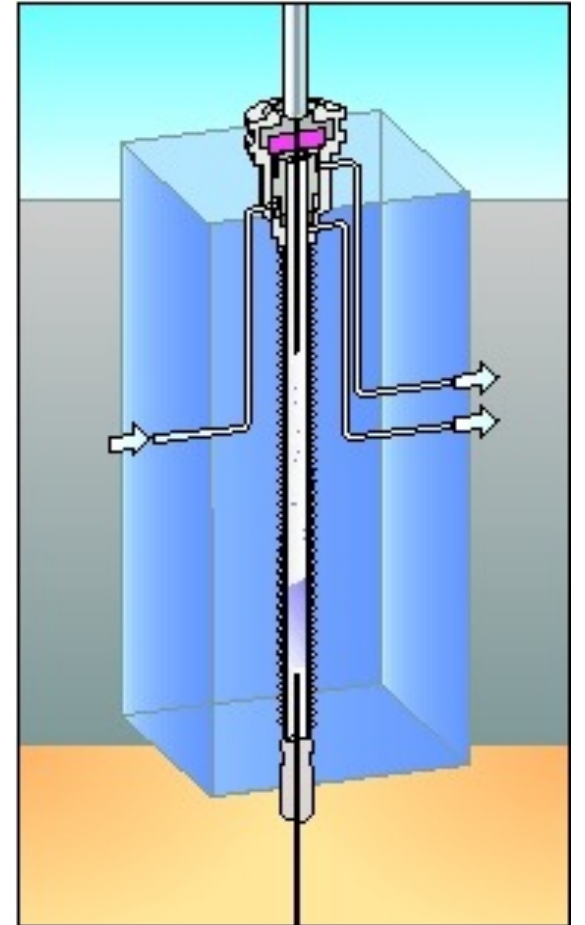


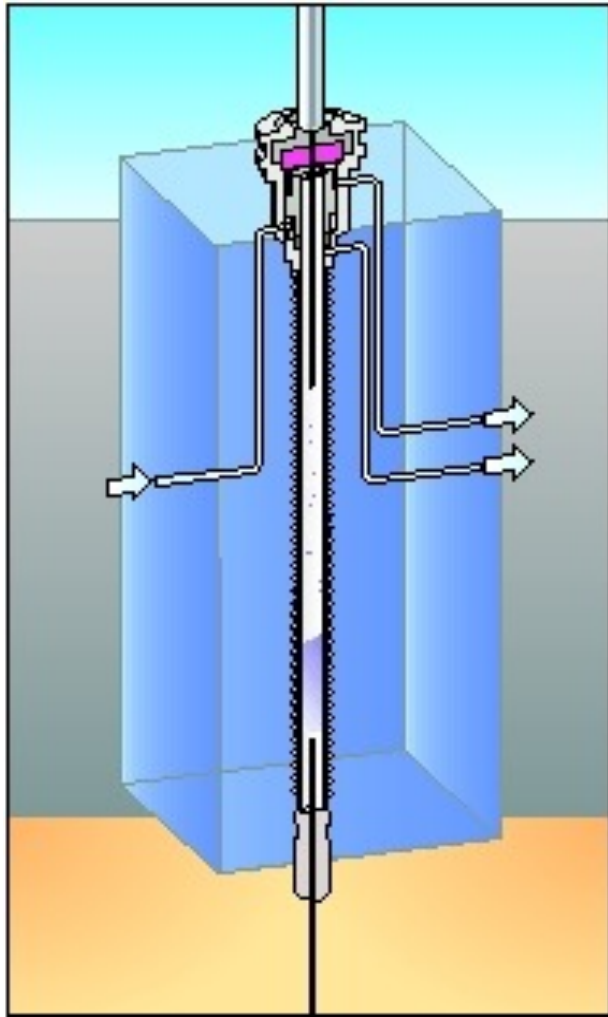
● Iniettore PTV

dott. Davide Facciabene

GC & GC-MS Specialist to Thermo Fisher Scientific



PTV – PROGRAMMABLE TEMPERATURE VAPORIZING

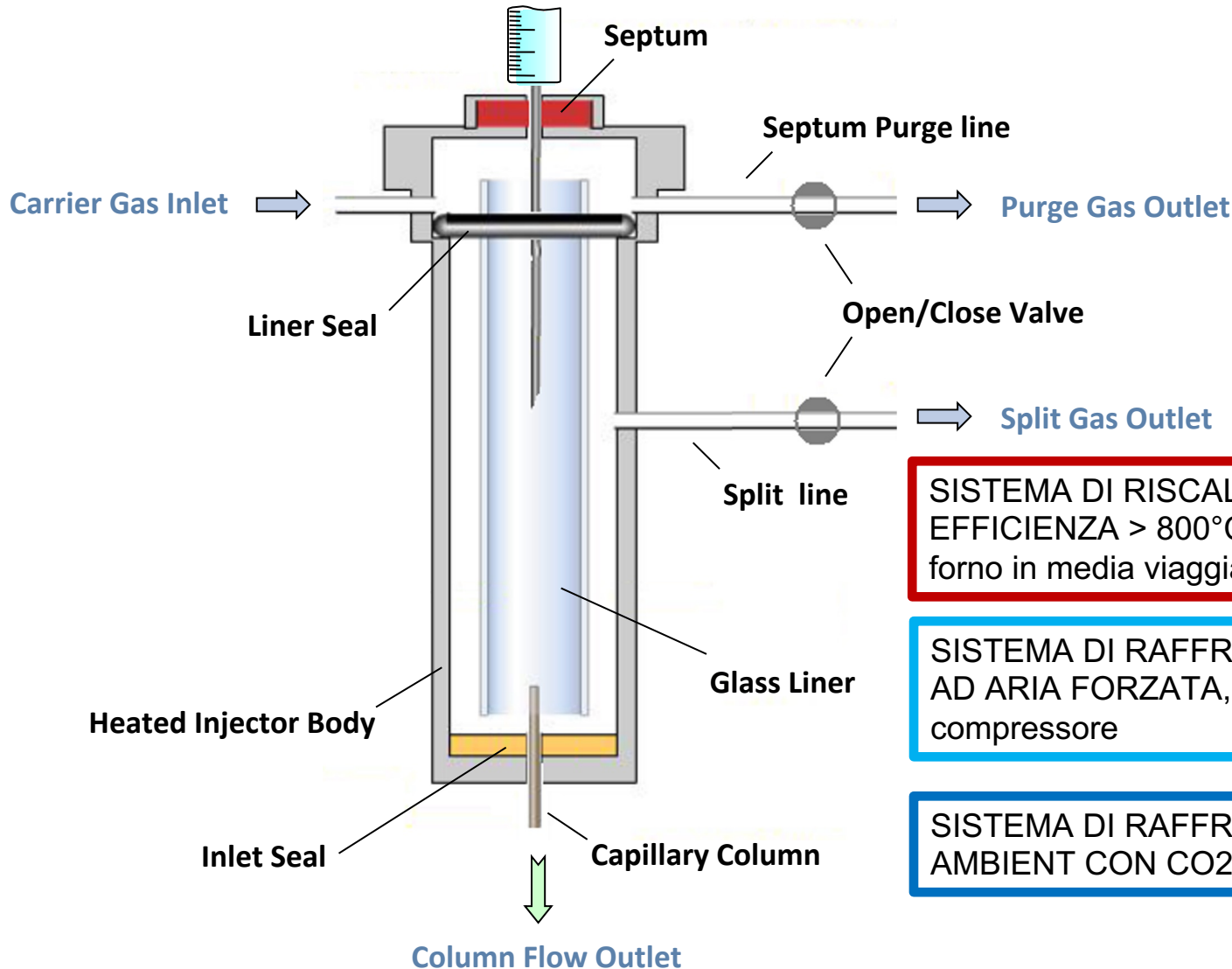


Iniettore a temperatura variabile, non discriminante e particolarmente versatile. Può essere utilizzato per iniezioni in modalità split, splitless, splitless con impulso di pressione, solvent vent (o LVI) e simil-OnColumn.

Permette di iniettare da frazioni di microlitro fino a diverse decine di microlitri (modalità LVI – Large Volume Injection)

0,1 – 100 μ l liquidi (dipende dal liner utilizzato)

PTV - SCHEMA



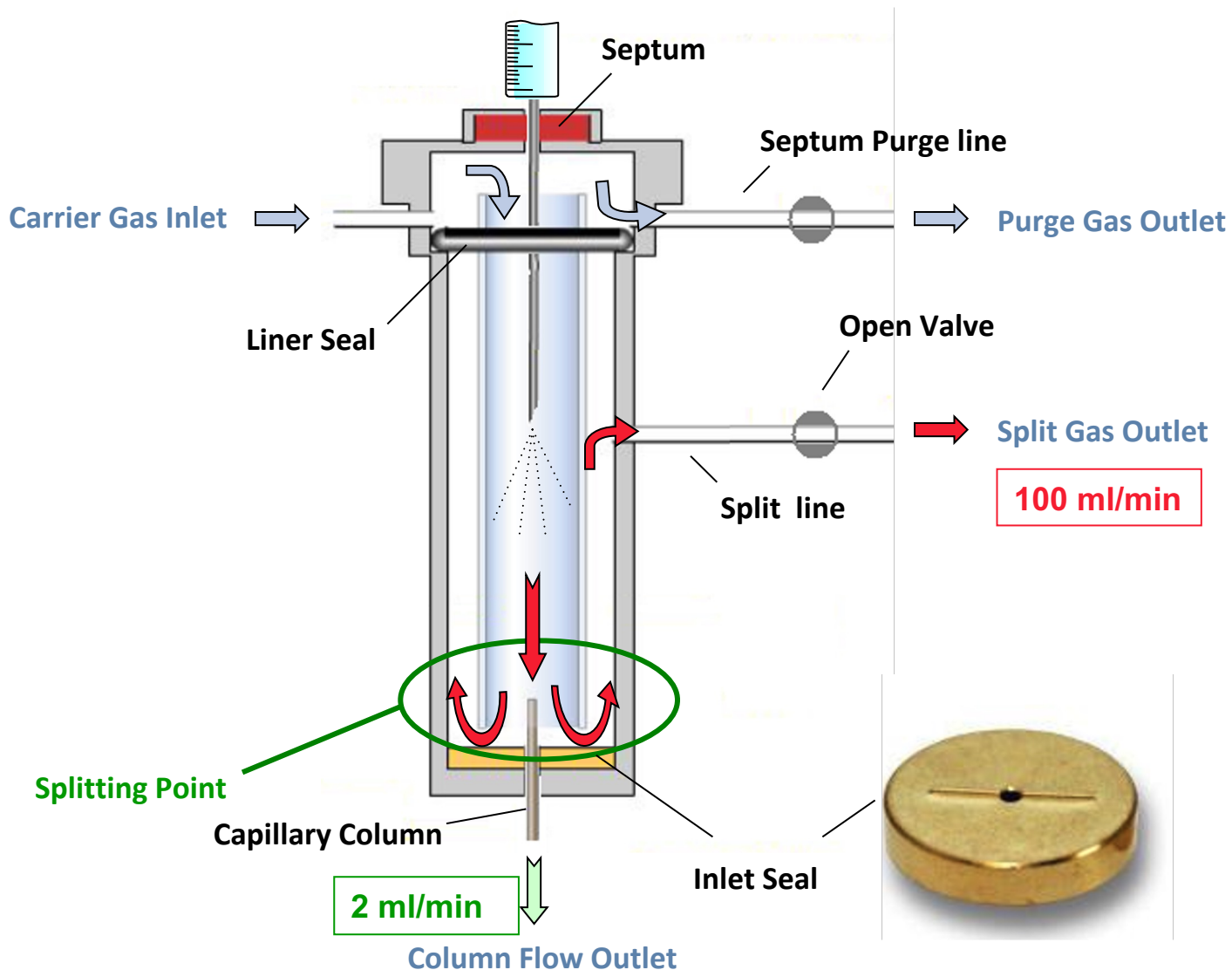
SISTEMA DI RISCALDAMENTO AD ALTA EFFICIENZA > 800°C/MIN (per confronto, un forno in media viaggia sui 120°C/min)

SISTEMA DI RAFFREDDAMENTO ATTIVO AD ARIA FORZATA, mediante ventola o compressore

SISTEMA DI RAFFREDDAMENTO SUB-AMBIENT CON CO2 o N2 LIQUIDO



PTV - SPLIT MODE



SPLIT RATIO =
Flusso in colonna / Flusso di split

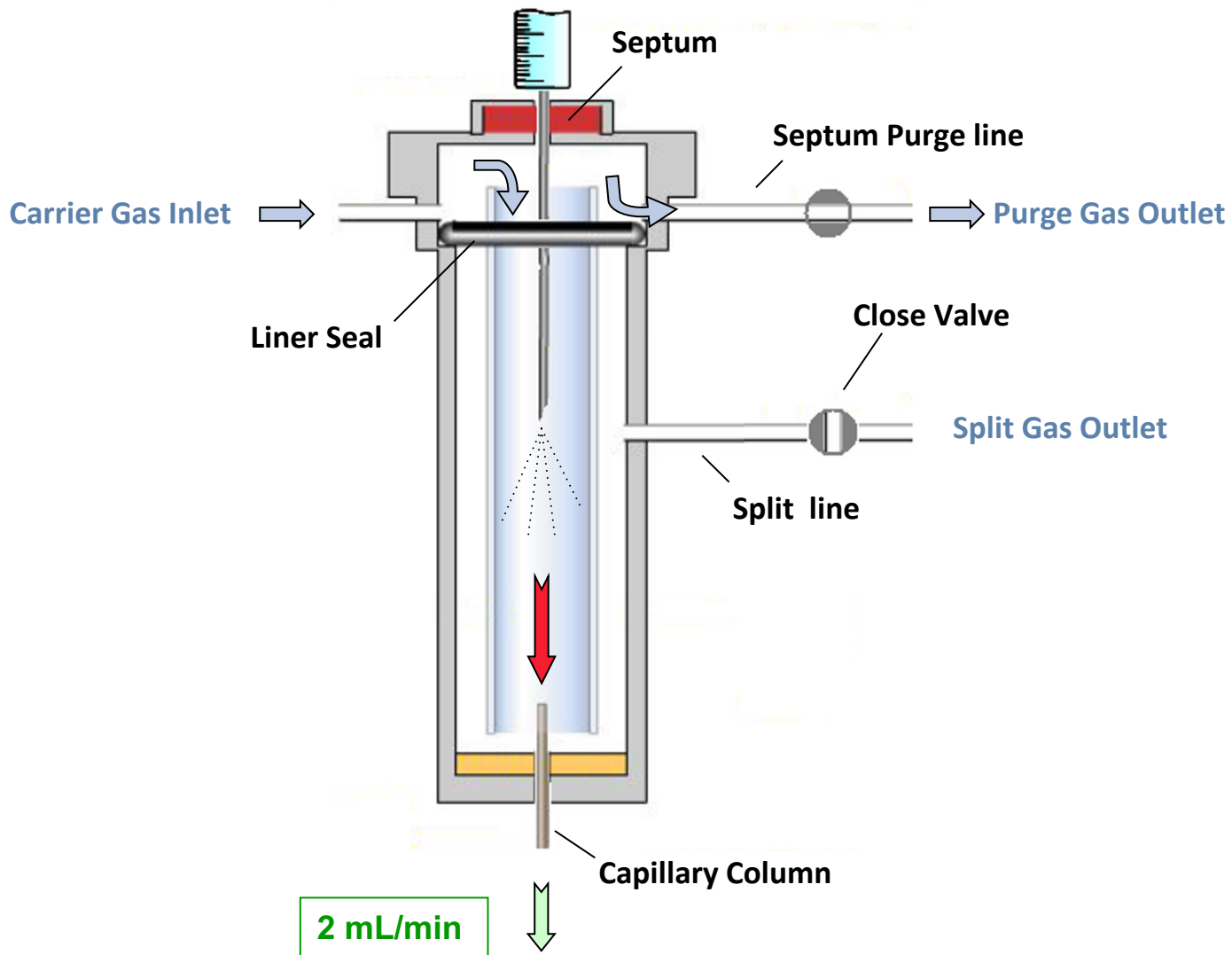
$$\text{SPLIT RATIO} = \text{FLOW (colonna)} / \text{FLOW (split)}$$
$$= 2 / 100 = 1/50$$

2% of the sample is entering the column

In colonna entrerà 1/50esimo del volume di campione iniettato, il resto uscirà dalla linea di split

All'aumentare del rapporto di splittaggio, corrisponde una diminuzione lineare della sensibilità

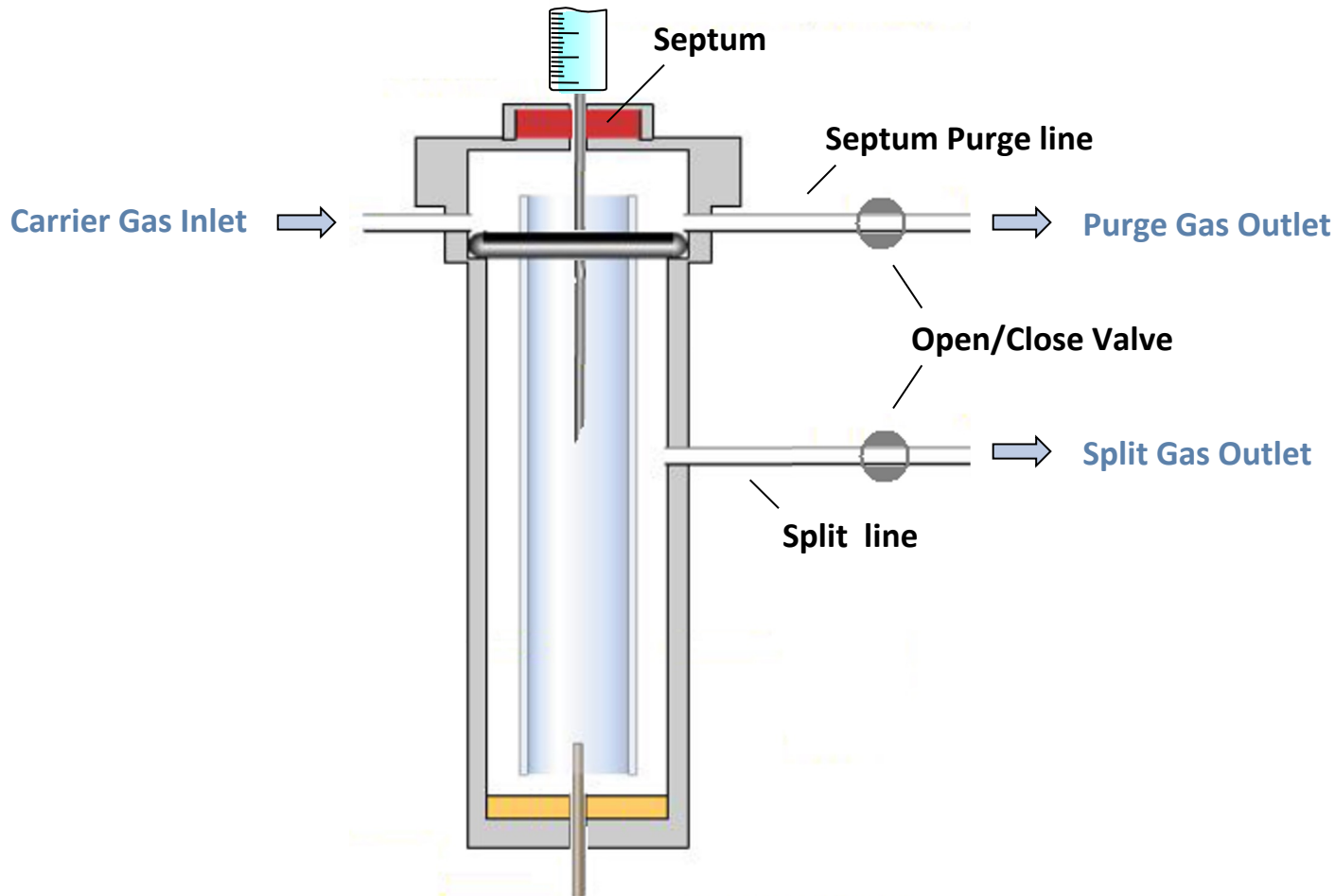
PTV - SPLITLESS MODE



**Il Gas Carrier flussa
attraverso il liner e da qui
direttamente in colonna
senza interruzione**

Tipici splitless time 0.5-1 min

PTV – SEPTUM PURGE

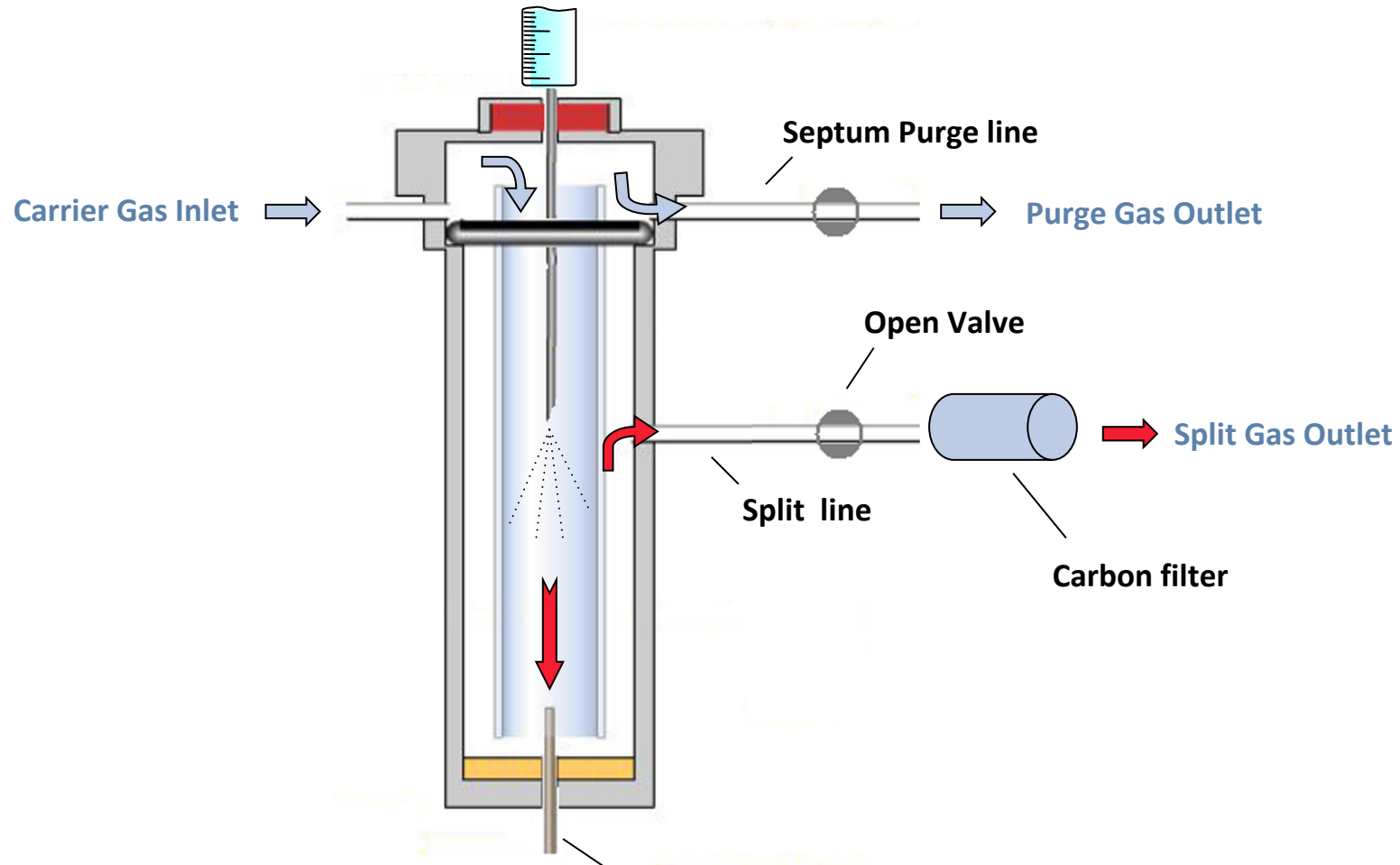


Parte del gas di trasporto che lambisce il setto dal lato inferiore, quello più caldo e direttamente esposto al liner.

Serve per mantenere pulito il setto, che a causa degli stress termici a cui è sottoposto, può cedere parte dei materiali di cui è composto e farli arrivare al detector, solitamente si tratta di ftalati, comunque composti che rendono il polimero più elastico.

Tipici flussi di septum purge 1-3 ml/min

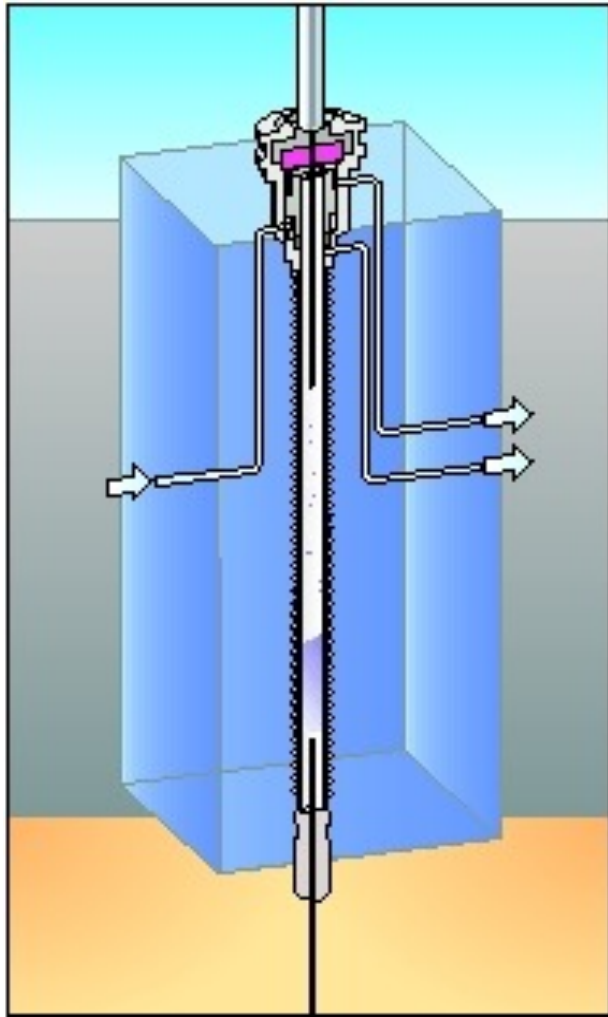
PTV - SPLIT VALVE



Carbon Filter



PTV - SPLIT vs SPLITLESS MODE



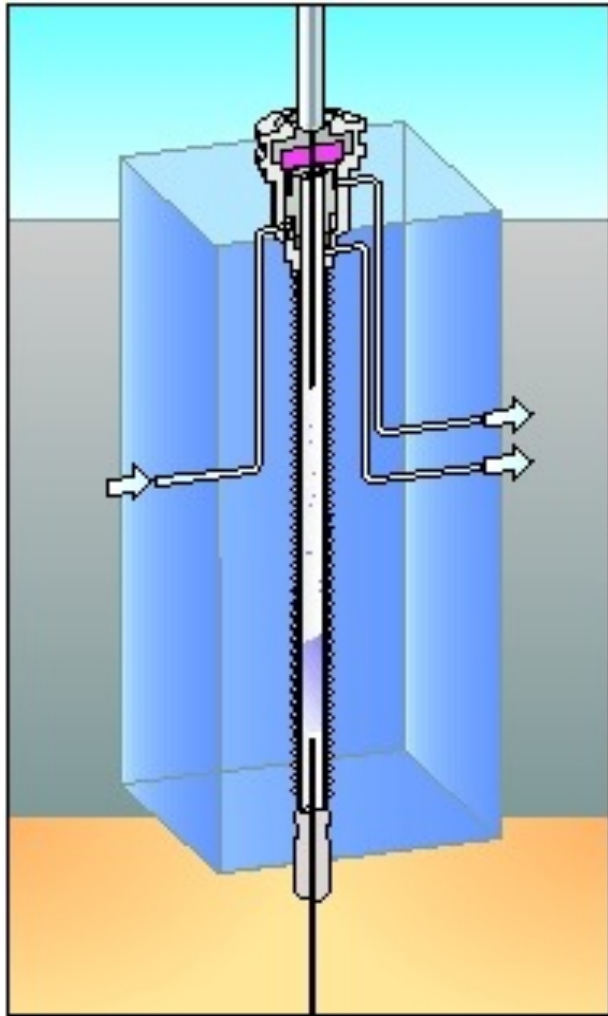
Modalità di iniezione SPLIT:

In linea generale, da utilizzare con campioni liquidi a concentrazioni elevate, dell'ordine del ppm o quando si iniettano grandi volumi di campione, 0,1 – 2 ml tipico delle tecniche di iniezione a Spazio di Testa o con Purge & Trap.

Modalità di iniezione SPLITLESS:

Da utilizzare quando si cerca la massima sensibilità, molto utilizzata in ambito SVOC (semivolatili), quindi PCB, IPA DIOX, Pesticidi...

PTV – TEMPERATURA DI LAVORO



E' strettamente correlata all'applicazione, al tipo di analiti da analizzare, di seguito alcuni esempi del tutto generali:

Idrocarburi: 300-350 °C

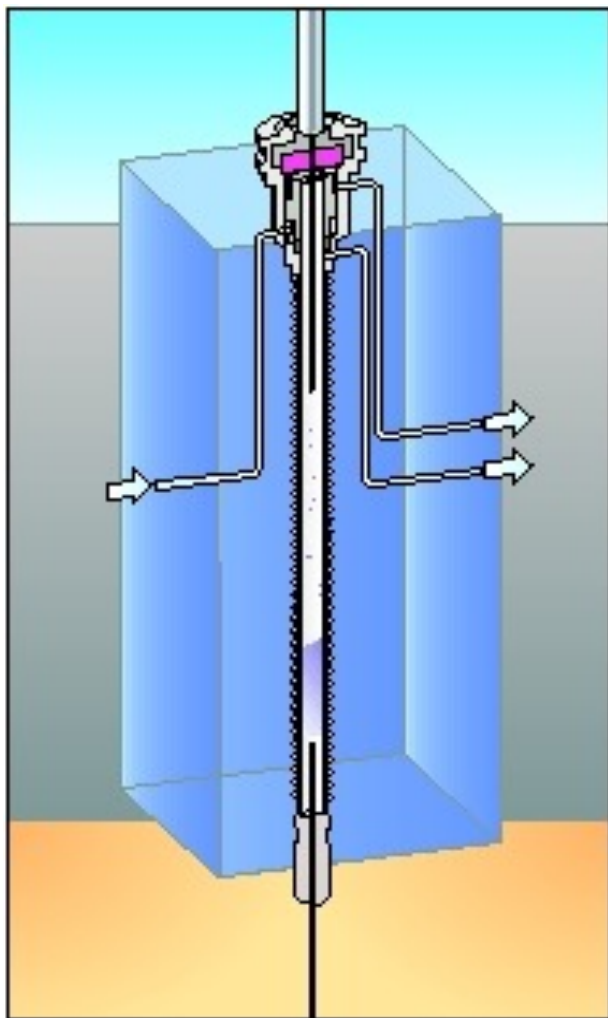
Pesticidi: 250-270°C

IPA, PCB DIOX: 280-320°C

VOC: 180-220°C



PTV - TECNICHE DI INIEZIONE



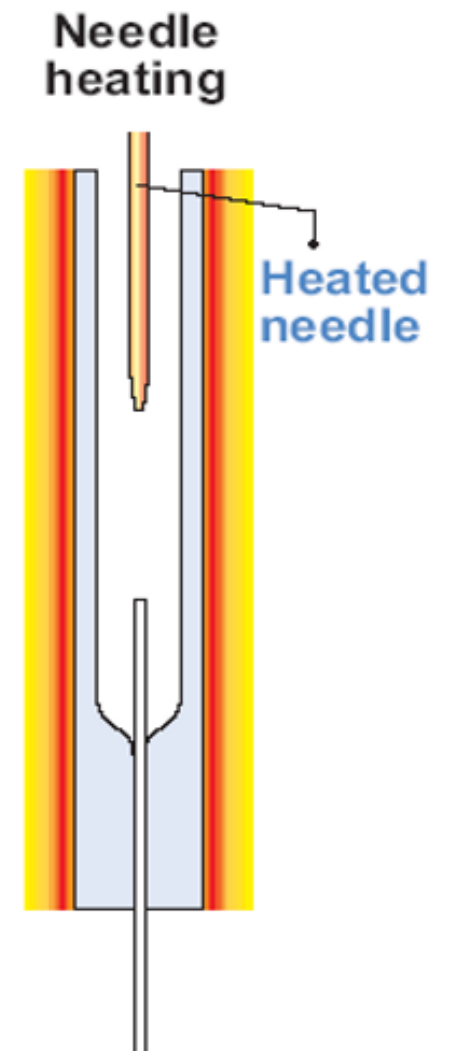
- **Hot Needle Injection** (*Thermospray / ad ago caldo*)
 - Vaporizzazione più uniforme
 - Miglior diffusione del campione nel liner
 - Svuotamento dell'ago (maggiore sensibilità)
 - *Uso di liner vuoti / normali*
- **Cold Needle Injection** (*Liquid Band Formation / ad ago freddo*)
 - Veloce vaporizzazione
 - Uso di liner con lana di vetro / restrizioni
 - Basso volume dell'ago (picchi stretti)
 - Ideale per solventi basso bollenti
- **Pressure Pulsed**
 - Veloce trasferimento in colonna (picchi stretti)
 - Riduzione volume di espansione solvente
 - Combinabile con Hot needle e Cold Injection

PTV – HOT NEEDLE INJECTION

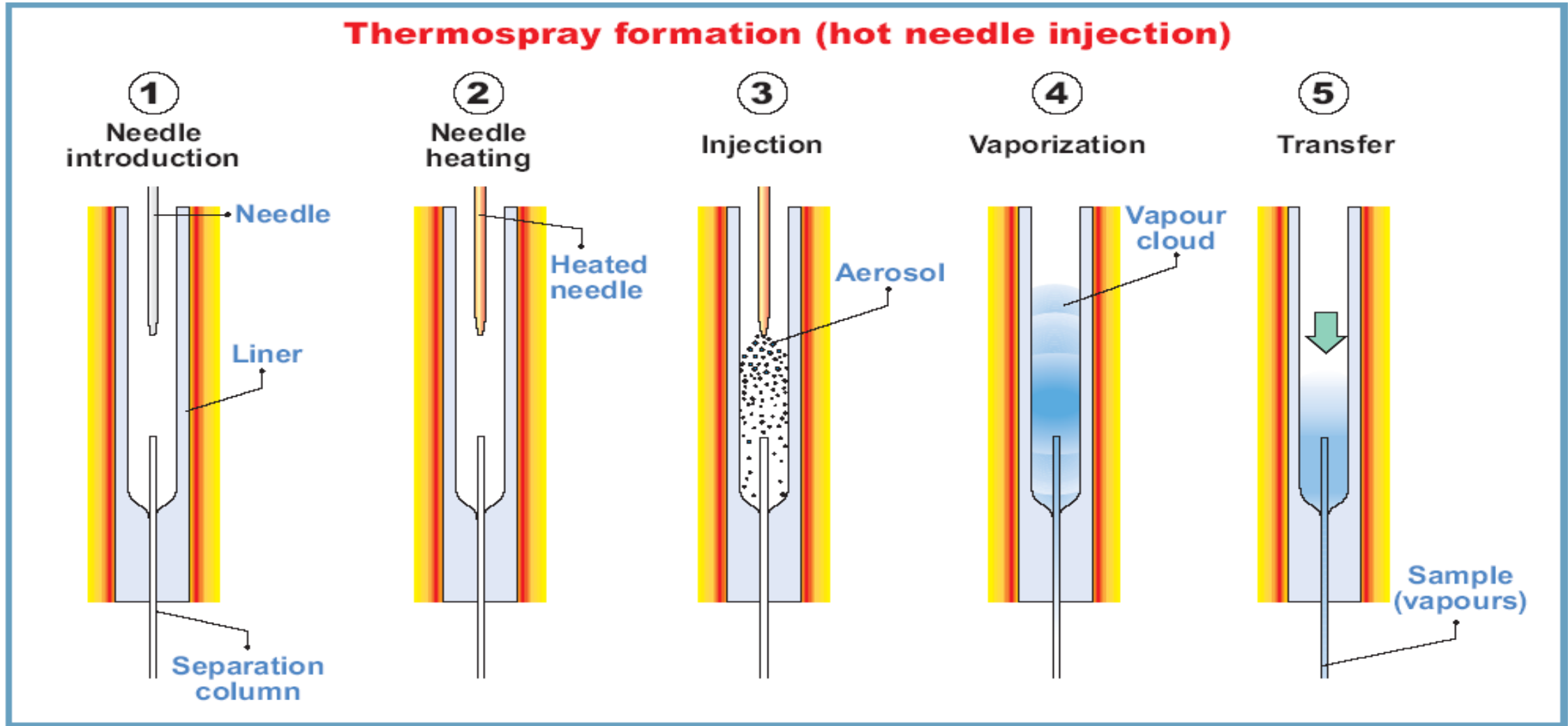
L'iniezione ad ago caldo , prevede il riscaldamento dell'ago per qualche secondo, utilizzando il calore dell'iniettore e solo successivamente l'abbassamento del pistone della siringa per liberare il campione all'interno del liner dell'iniettore.

Questo fa si, che il campione fluendo attraverso la cavità dell'ago caldo, vaporizzi in parte formando un aerosol all'uscita dell'ago.

Aerosol, che essendo formato da micro goccioline, evaporerà molto velocemente ed in maniera più uniforme all'interno del liner.



PTV – HOT NEEDLE INJECTION



PTV – HOT NEEDLE INJECTION – Tempo e Temperatura

I parametri operativi sono due, la temperatura dell'iniettore e il tempo di riscaldamento dell'ago.

Il tempo di riscaldamento dell'ago, normalmente lo si trova sotto la voce «**PRE-INJECTION DWELL TIME**», dipende dal software utilizzato.

Il valore di pre-injection dwell time varia a seconda della temperatura dell'iniettore

Indicativamente:

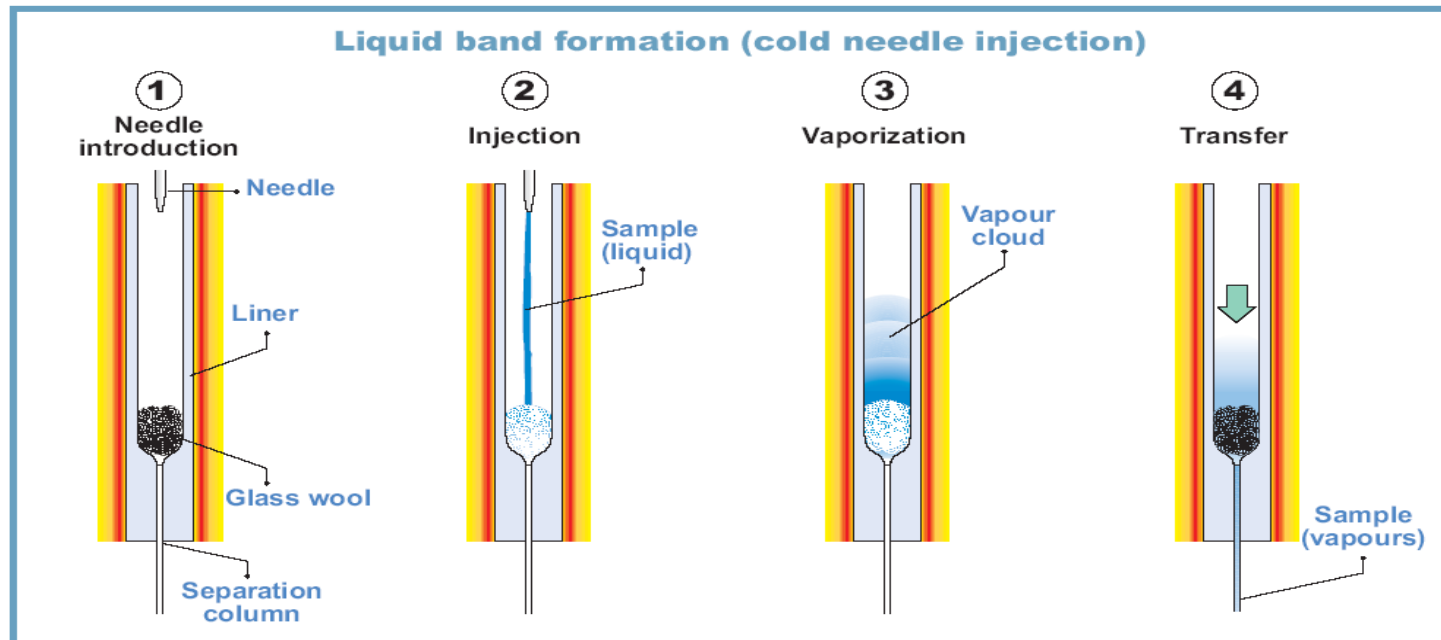
4-5 secondi a 200 - 300°C

2-3 secondi per temperature > 300°C

PTV - COLD NEEDLE INJECTION

• Liquid Band Formation

- Il campione lascia l'ago freddo, producendo una banda liquida all'interno del liner
- L'ago penetra rapidamente e con la minima profondità, senza alcun dwell time
- L'uso di un liner con lana di vetro o strutture fisiche, è altamente raccomandato, inquanto serve per bloccare la banda liquida
- Tener presente che con questa iniezione viene rilasciata un singola goccia



PTV - COLD NEEDLE INJECTION – fast injection

I parametri operativi sono due, la temperatura dell'iniettore e il tempo di riscaldamento dell'ago.

Il tempo di riscaldamento dell'ago, normalmente lo si trova sotto la voce «**PRE-INJECTION DWELL TIME**», dipende dal software utilizzato.

Il valore di pre-injection dwell time varia a seconda della temperatura dell'iniettore

Indicativamente:

4-5 secondi a 200 - 300°C

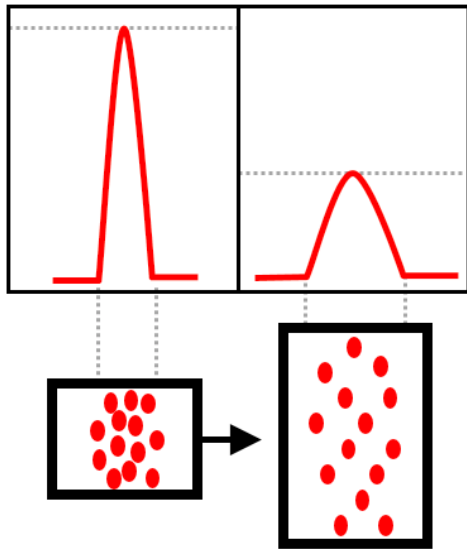
2-3 secondi per temperature > 300°C

PTV – PULSED/SURGED SPLITLESS

E' una modalit  di iniezione, dove durante la fase di splitless time, viene incrementata rapidamente la pressione all'interno dell'iniettore, di almeno 2 o 3 volte rispetto allo stato di partenza.

Questa modalit  ha un duplice effetto positivo:

1) Picchi pi  stretti ed alti



Il principio attivo viene concentrato in una banda pi  stretta, grazie all'alta pressione che ne incrementa notevolmente la velocit  di trasferimento dall'iniettore alla colonna.

Inlet Parameters

Operating mode	SplitlessWithSurge	
<input type="checkbox"/> Split flow control		
Split flow	5.0	[5.0...1250.0 ml/min]
Split ratio	0	
Splitless time	1	[0.00...999.99 min]
<input checked="" type="checkbox"/> Purge flow control		
Purge flow	3.000	[0.500...50.000 ml/min]
<input checked="" type="checkbox"/> Constant septum purge		
Stop purge for	0.00	[0.00...999.99 min]
Surge pressure	150	[5.00...1000.00 kPa]
Surge duration	0.5	[0.00...999.99 min]

PTV – PULSED/SURGED SPLITLESS

2) Possibilità di aumentare il volume di iniezione

Inlet

Injection volume: µL

Temperature: °C

Pressure (gauge): kPa

Solvent

Solvent type:

Boiling point: °C

Density: g/mL

Molecular weight: Da

Volumes

Liner:

Liner part number:

Liner volume: mL

Vapor volume: mL

Inlet

Injection volume: µL

Temperature: °C

Pressure (gauge): kPa

Solvent

Solvent type:

Boiling point: °C

Density: g/mL

Molecular weight: Da

Volumes

Liner:

Liner part number:

Liner volume: mL

Vapor volume: mL

KO !

Incremento del volume di iniezione da 1 a 2 µL, non è possibile attuarlo a causa dell'aumento del volume di vapore del solvente, che eccede il volume fisico del liner !!

Iniettando in queste condizioni i picchi verranno codati.

PTV – PULSED/SURGED SPLITLESS

2) Possibilità di aumentare il volume di iniezione

Inlet

Injection volume: 1.0 μL

Temperature: 250 $^{\circ}\text{C}$

Pressure (gauge): 60.0 kPa

Solvent

Solvent type: Acetonitrile

Boiling point: 81.6 $^{\circ}\text{C}$

Density: 0.7857 g/mL

Molecular weight: 41.05 Da

Volumes

Liner: SSL 4 mm ID splitless

Liner part number: n/a

Liner volume: 0.860 mL

Vapor volume: 0.516 mL

Inlet

Injection volume: 2.0 μL

Temperature: 250 $^{\circ}\text{C}$

Pressure (gauge): 200.0 kPa

Solvent

Solvent type: Acetonitrile

Boiling point: 81.6 $^{\circ}\text{C}$

Density: 0.7857 g/mL

Molecular weight: 41.05 Da

Volumes

Liner: SSL 4 mm ID splitless

Liner part number: n/a

Liner volume: 0.860 mL

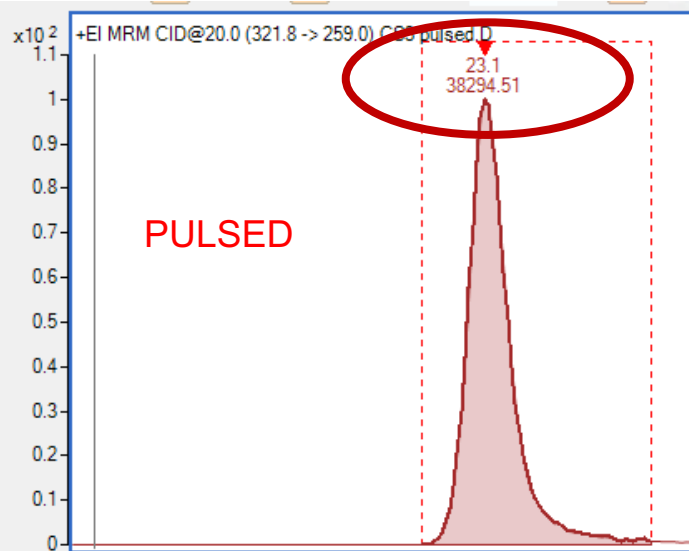
Vapor volume: 0.553 mL

OK!

Se viene aumentata ANCHE la pressione iniziale, da 60 a 200 kPa, il volume del vapore rientra nel volume fisico del liner !!

L'iniezione può essere eseguita senza cadere in problemi di picchi codati

PTV – PULSED/SURGED SPLITLESS vs STANDARD SPLITLESS



Setpoint

Heater: 250 °C

Pressure: 24,634 psi

Total Flow: 54,4 mL/min

Septum Purge Flow: 3 mL/min

Septum Purge Flow Switched

Diossina TCDD

Incremento dell'area da **23985** (standard) a **38294** (pulsed); + 60 %

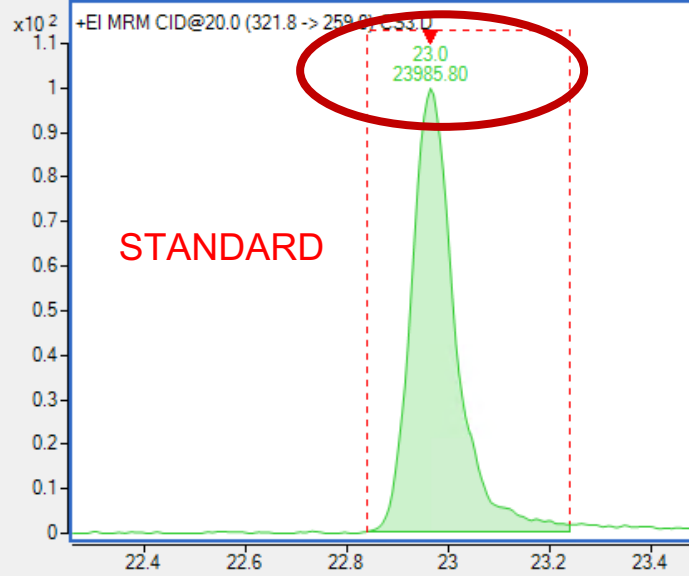
Inlet Mode (Pulsed Splitless)

Pulsed Splitless

Injection Pulse Pressure: 50 psi until 0,75 min

Purge Flow to Split Vent: 50 mL/min at 1 min

da circa 25 psi a 50 psi



Setpoint

Heater: 250 °C

Pressure: 24,634 psi

Total Flow: 54,4 mL/min

Septum Purge Flow: 3 mL/min

Septum Purge Flow Switched

Inlet Mode (Splitless)

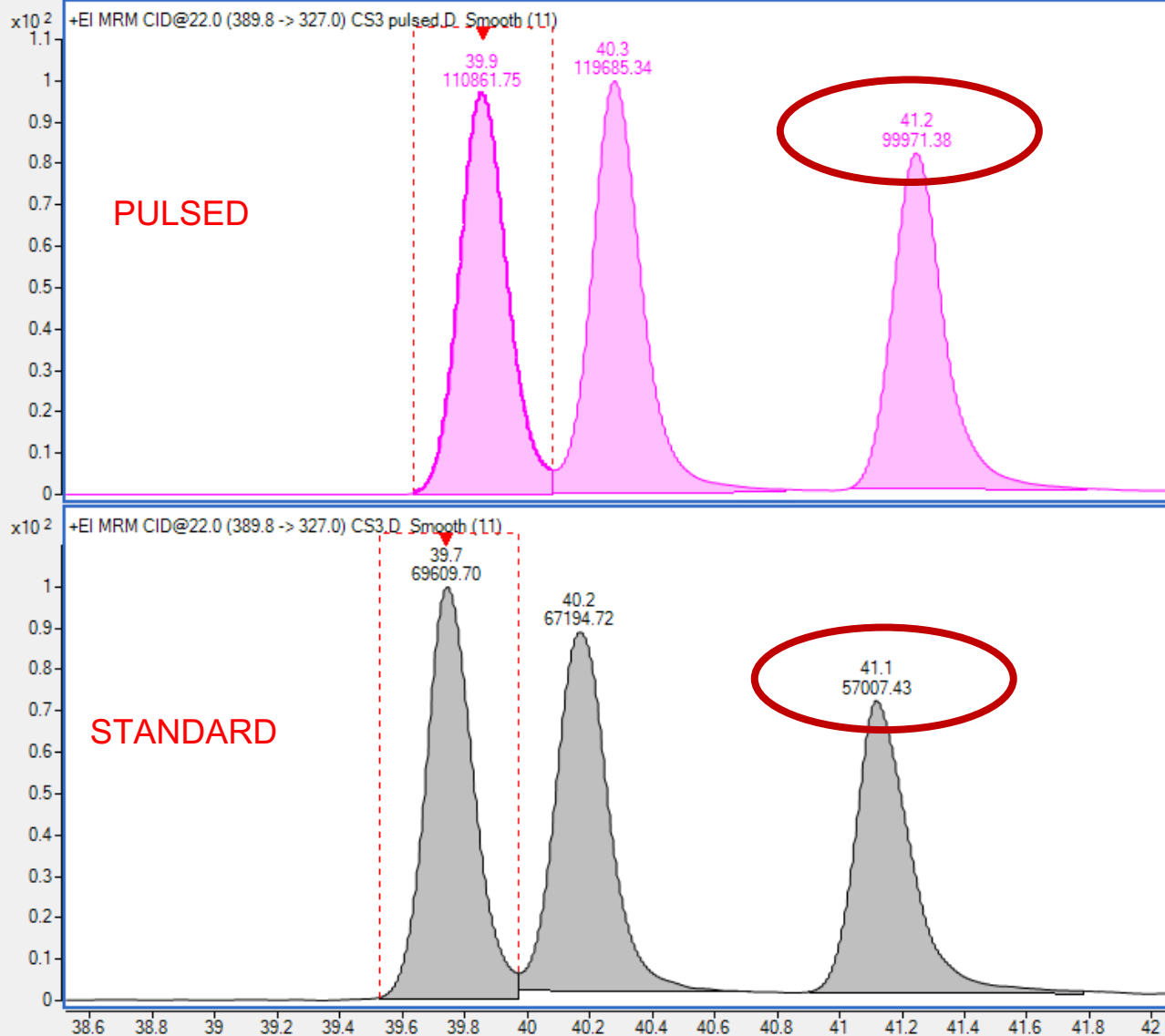
Splitless

Purge Flow to Split Vent: 50 mL/min at 1 min

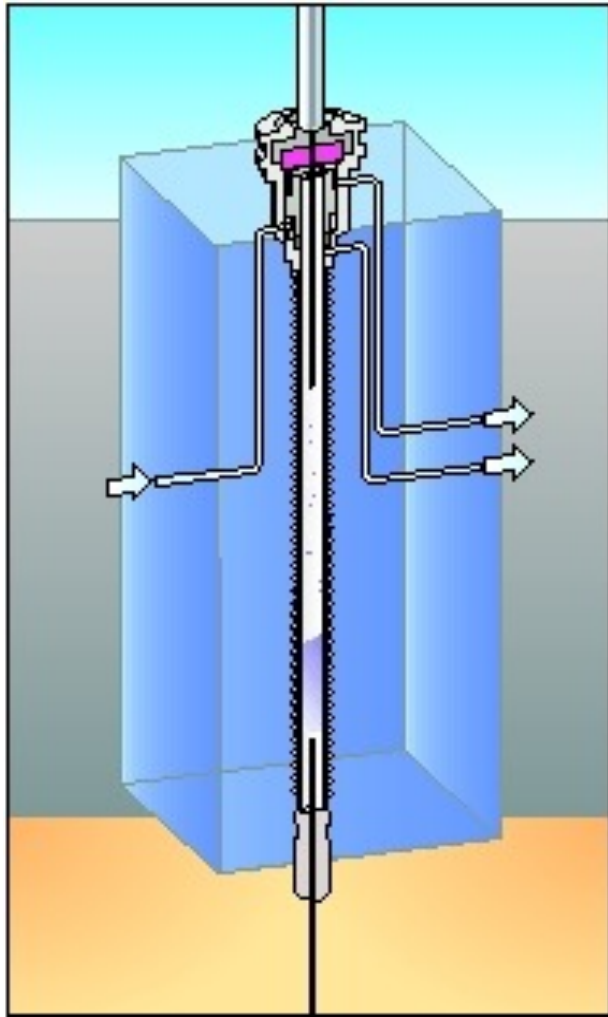
PTV – PULSED/SURGED SPLITLESS vs STANDARD SPLITLESS

Diossine HxCDD

Incremento dell'area da **57007** (standard)
a **99971** (pulsed); + 75 %

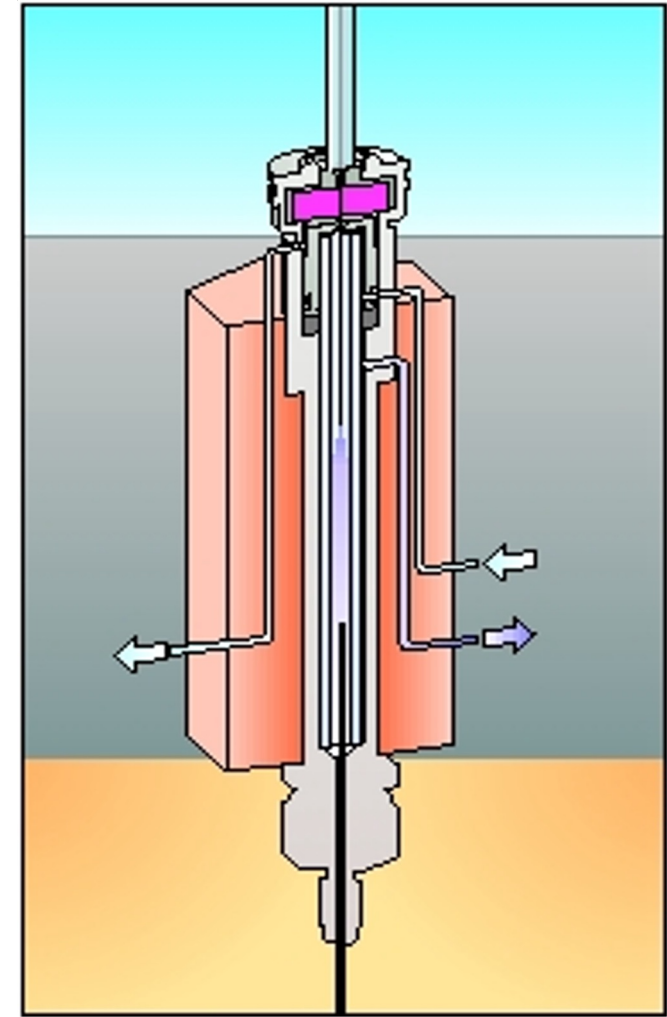


PTV vs SSL - TECNICHE DI INIEZIONE

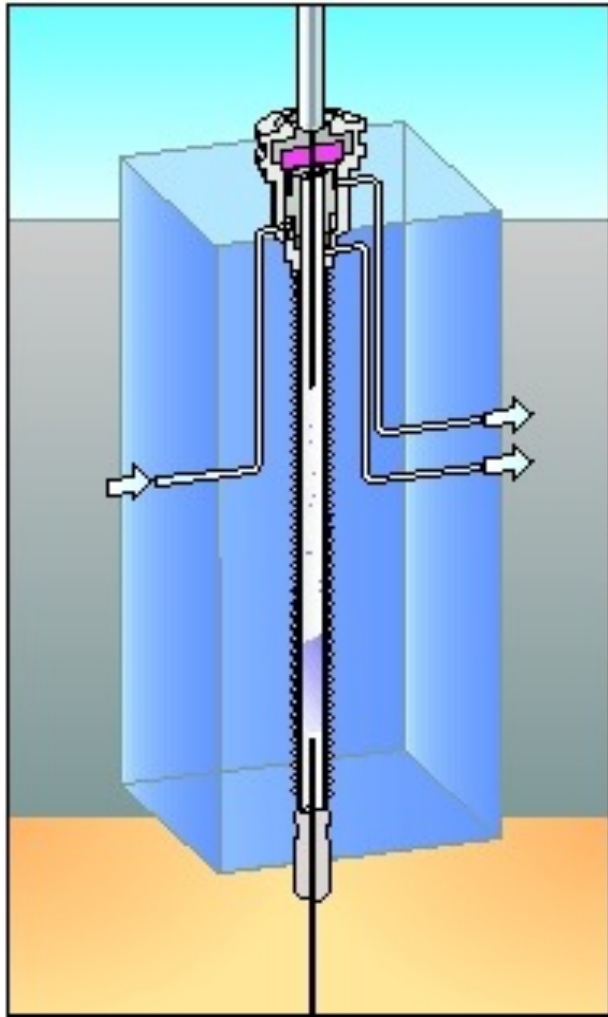


- Hot Needle Injection
- Cold Needle Injection
- Pressure Pulsed

**QUESTE TECNICHE DI INIEZIONI
SONO REALIZZABILI ANCHE
CON UN INIETTORE SSL**



PTV – Solvent Vent / Large Volume Injection (LVI)



- **Solvent Vent / LVI**

Iniettore non discriminante

grandi volumi di iniezione (0,1 ai 100 μ l ed oltre)

temperatura variabile dal sub-ambient a 400+ $^{\circ}$ C in real-time
(da pochi sec a qualche min)

possibilità di cambiare il funzionamento della valvola di split in fase di iniezione, dalla modalità splitless a split con split flow variabile e viceversa

possibilità di variare la pressione dell'iniettore in fase di iniezione

PTV – Solvent Vent / PROFILO DELLE VARIABILI

Lo sviluppo di un metodo di iniezione con il PTV, in modalità Solvent Vent / LVI, è un'operazione complessa che richiede un gran numero di prove per impostare correttamente l'elevato numero di parametri che presenta questo iniettore.

I PARAMETRI SONO RAGRUPPABILI SOTTO TRE PROFILI:

PROFILO DELLE TEMPERATURE

PROFILO DEI FLUSSI

PROFILO DELLE PRESSIONI

NON E' OBBLIGATORIO utilizzare tutti e tre i profili contemporaneamente, per cui vale la regola che meno variabili ci sono, tanto più robusto e facile da sviluppare sarà il metodo

PTV – Solvent Vent / FASI

INOLTRE, ESISTE UNO SCHEMA TEMPORALE PREDEFINITO E SUDDIVISO IN 5 FASI.
I PARAMETRI VANNO ATTIVATI ed IMPOSTATI RISPETTO ALLO SCHEMA TEMPORALE

FASI DELLO SCHEMA TEMPORALE:

FASE DI PRE-INJECTION (prep-run / stand-by / condition)

FASE DI INIEZIONE (injection phase)

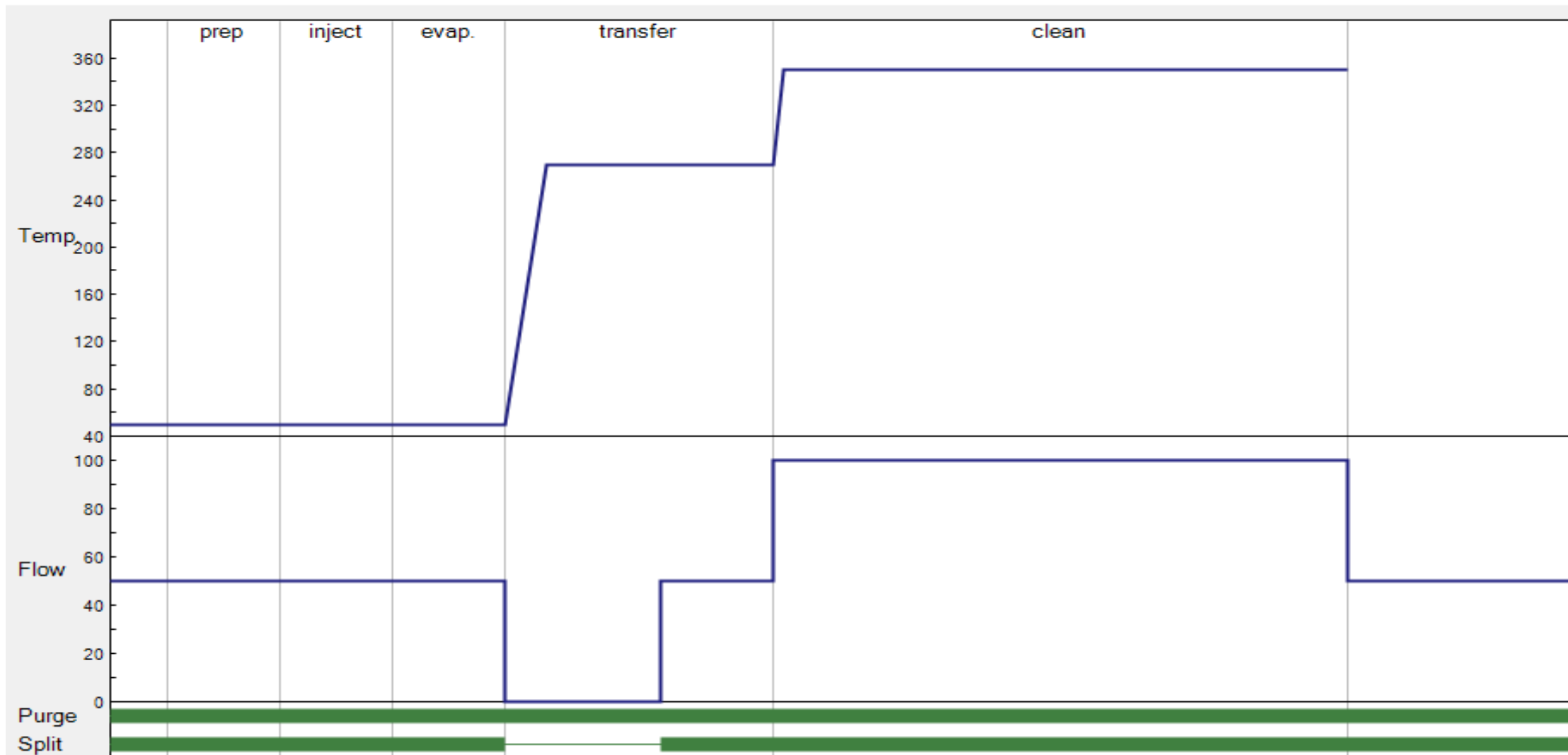
FASE DI VAPORIZZAZIONE (evaporization phase)

FASE DI TRASFERIMENTO (transfer phase)

FASE DI PULIZIA (cleaning phase)

PTV – Solvent Vent / FASI

PTV Phases

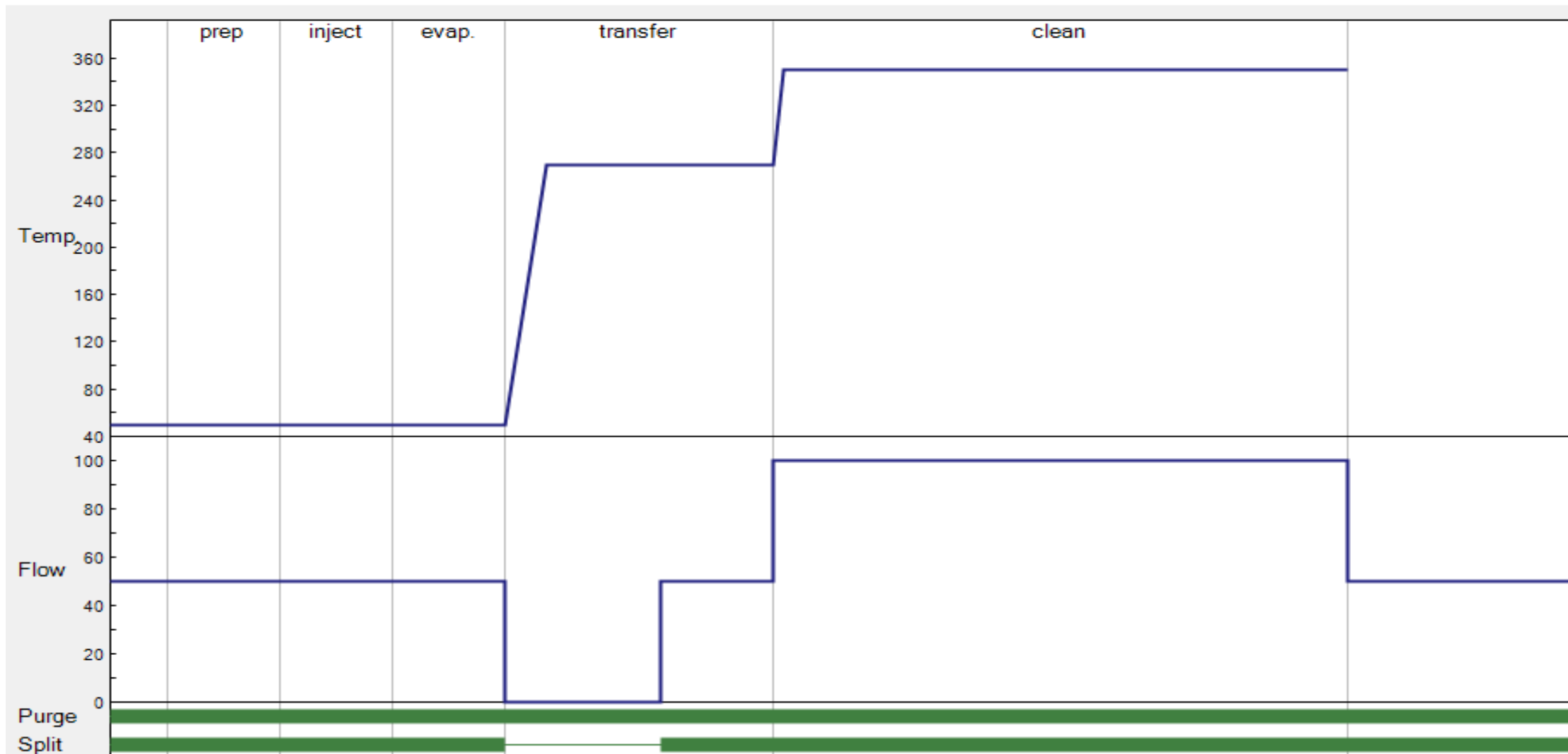


VARIABILI TERMICHE:

- Temperatura iniziale (pre-injection phase)
- Temperatura di iniezione (injection phase)
- Temperatura di vaporizzazione del solvente (evaporation phase)
- Temperatura di trasferimento (transfer phase)
- Temperatura di pulizia (cleaning phase)
- Temperatura iniziale ***del forno***

PTV – Solvent Vent / FASI

PTV Phases



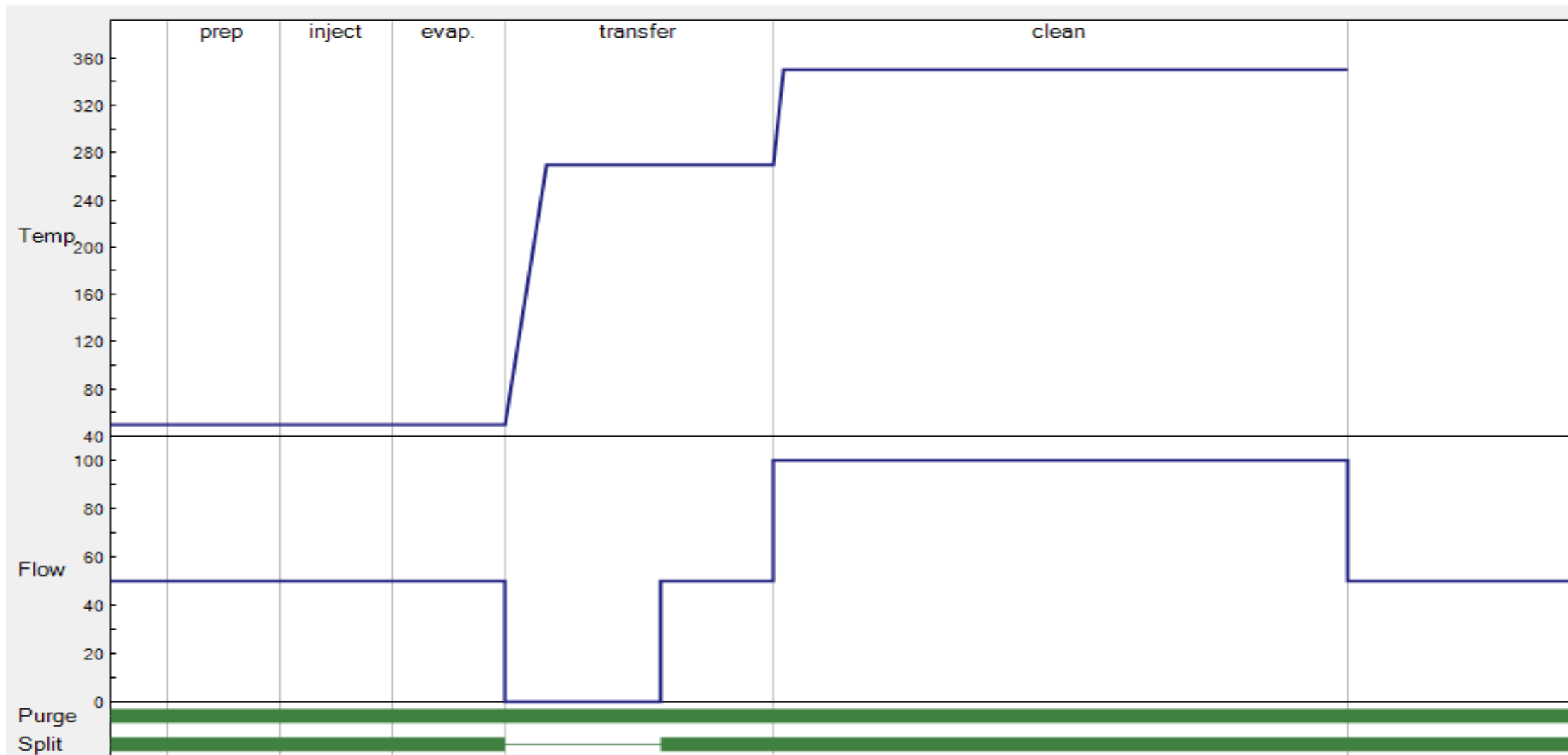
VARIABILI DEI FLUSSI:

- flusso di split iniziale (pre-injection phase)
- flusso di split durante l'iniezione (injection phase)
- flusso di split nella fase di vaporizzazione (evap. phase)
- flusso di split nella fase di trasferimento (transfer phase)
- flusso di split fase di pulizia (cleaning phase)
- flusso ***di colonna***

***è sotto inteso che il flusso di split può assumere anche valore zero,
il che è equivalente ad una iniezione di tipo SPLITLESS***

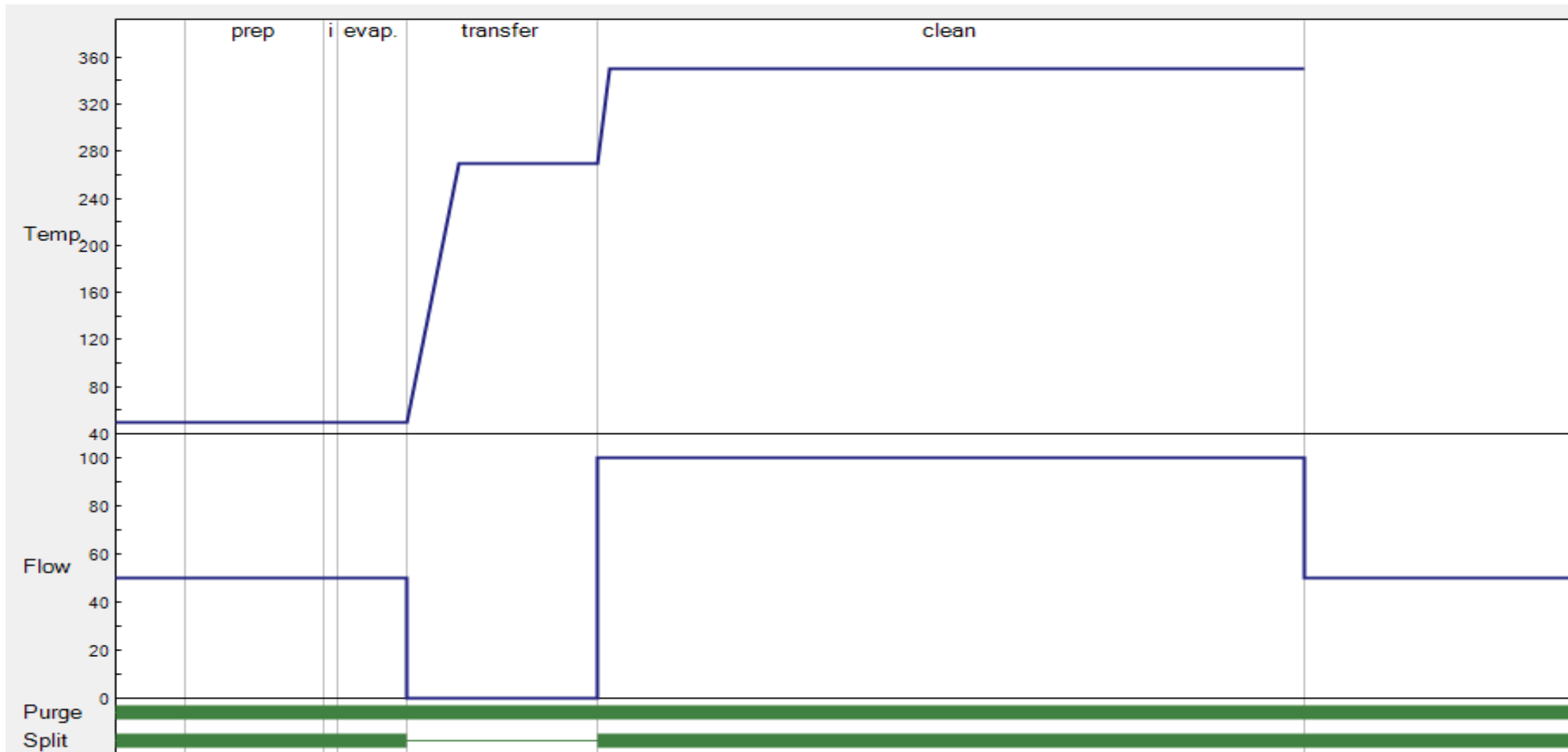
PTV – Solvent Vent / FASI

PTV Phases



PTV – Solvent Vent / FASI – programma per analisi Pesticidi


PTV Phases





PTV – Solvent Vent / FASI – programma per analisi Pesticidi

PTV Ramp Settings

	Pressure [5...1000 kPa]	Rate [0,1...14, 5 °C/s]	Temp [0...450 °C]	Time [0...999,9 9 min]	Flow [5...1250 ml/min]	Back flush
Injection	<input type="text"/>			<input type="text" value="0,1"/>	<input type="text" value="50,0"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
Evap	<input type="text"/>	<input type="text" value="10"/>	<input type="text" value="50"/>	<input type="text" value="0,5"/>	<input type="text" value="50"/>	
Transfer	<input type="text"/>	<input type="text" value="10,0"/>	<input type="text" value="270"/>	<input type="text" value="1"/>		
Cleaning		<input type="text" value="14,5"/>	<input type="text" value="350"/>	<input type="text" value="5"/>	<input type="text" value="100"/>	<input checked="" type="checkbox"/>

Enable evaporation phase 


Enable clean phase 


Enable pressure ramps 


PTV – Solvent Vent / FASI – programma per analisi Pesticidi

PTV Ramp Settings

	Pressure [5...1000 kPa]	Rate [0,1...14, 5 °C/s]	Temp [0...450 °C]	Time [0...999,9 9 min]	Flow [5...1250 ml/min]	Back flush
Injection	<input type="text" value="70"/>			<input type="text" value="0,1"/>	<input type="text" value="50,0"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
Evap	<input type="text" value="70"/>	<input type="text" value="10"/>	<input type="text" value="50"/>	<input type="text" value="0,5"/>	<input type="text" value="50"/>	
Transfer	<input type="text" value="200"/>	<input type="text" value="10,0"/>	<input type="text" value="270"/>	<input type="text" value="1"/>		
Cleaning		<input type="text" value="14,5"/>	<input type="text" value="350"/>	<input type="text" value="5"/>	<input type="text" value="100"/>	<input checked="" type="checkbox"/>

Enable evaporation phase 

Enable clean phase 

Enable pressure ramps 

PTV – Solvent Vent / FASI – programma per analisi Pesticidi

PTV Ramp Settings

	Pressure [5...1000 kPa]	Rate [0,1...14, 5 °C/s]	Temp [0...450 °C]	Time [0...999,9 9 min]	Flow [5...1250 ml/min]	Back flush
Injection	70			0,1	50,0	<input checked="" type="checkbox"/>
Evap	70	10	50	0,5	50	<input checked="" type="checkbox"/>
Transfer	200	10,0	270	1		
Cleaning		14,5	350	5	100	<input checked="" type="checkbox"/>

Enable evaporation phase ⓘ

Enable clean phase ⓘ

Enable pressure ramps ⓘ

INDIVIDUAZIONE DEI PARAMETRI PIU IMPORTANTI:

- **Temperatura** della fase di vaporizzazione
- **Durata** della fase di vaporizzazione
- **Flusso di split** della fase di vaporizzazione

*in aggiunta, giocano un ruolo non secondario anche gli stessi parametri di **Temperatura** e **Flusso di split** della **fase di iniezione**, ma qui la scelta è facilitata inquanto solitamente si fanno coincidere con la fase di vaporizzazione, trattasi di una semplificazione del metodo che non comporta alcun errore tecnico, così facendo, una volta individuati i parametri della fase di vaporizzazione, sistematicamente avremo anche quelli della fase di pre-iniezione*

PTV – Solvent Vent / CRITERI per la scelta dei parametri

INDIVIDUAZIONE DEI PARAMETRI PIU IMPORTANTI:

- **Temperatura** della fase di vaporizzazione

deve essere piu bassa della temperatura di ebollizione del solvente iniettato, almeno 5°C

lo scopo primario è evitare l'ebollizione del solvente, che potrebbe avere effetti negativi sulla forma dei picchi cromatografici

inoltre, una temperatura più bassa possibile, compatibilmente con la temperatura del forno e dell'ambiente di lavoro, per esempio 40-50°C, evita o riduce la perdita dei principi attivi più basso bollenti se presenti (Naftalene nell'analisi di SVOC)

INDIVIDUAZIONE DEI PARAMETRI PIU IMPORTANTI:

- ***Durata della fase di vaporizzazione***

la durata di questa fase dipende strettamente non solo dal tipo di solvente utilizzato, ma anche dalla quantità di volume iniettato, verosimilmente, maggiore sarà il volume di campione iniettato, maggiore sarà la durata della fase di vaporizzazione, al fine di dare al solvente in evaporazione, tempo sufficiente per riconcentrarsi all'interno del liner dell'iniettore.

Solitamente varia da alcuni secondi (5-6 sec) a qualche decina di secondi (10-30 sec), per volumi da 1 a 10 ul con solventi con viscosità e polarità inferiori all'acqua.

INDIVIDUAZIONE DEI PARAMETRI PIU IMPORTANTI:

- **Flusso di split** della fase di vaporizzazione

il valore di questo parametro, al pari del precedente, dipende dal tipo e quantità di solvente iniettato, di fatto è strettamente correlato con la Durata della fase di vaporizzazione.

*» I due parametri di **Durata** e **Flusso di split** della fase di vaporizzazione, sono di fatto due facce della stessa medaglia !! «*

Solitamente varia da alcuni ml/min (5-10 ml/min) a qualche decina di ml/min (20-50 ml/min) con Elio come gas carrier, per volumi da 1 a 10 ul con solventi con viscosità e polarità inferiori all'acqua

PTV – Solvent Vent / FASI – programma per analisi Pesticidi

PTV Ramp Settings

	Pressure [5...1000 kPa]	Rate [0,1...14, 5 °C/s]	Temp [0...450 °C]	Time [0...999,9 9 min]	Flow [5...1250 ml/min]	Back flush
Injection	70			0,1	50,0	<input checked="" type="checkbox"/>
Evap	70	10	50	0,5	50	<input checked="" type="checkbox"/>
Transfer	200	10,0	270	1		
Cleaning		14,5	350	5	100	<input checked="" type="checkbox"/>

Enable evaporation phase ⓘ

Enable clean phase ⓘ

Enable pressure ramps ⓘ

PTV – Solvent Vent / CRITERI per la scelta dei parametri

INDIVIDUAZIONE DEI PARAMETRI di *Durata* e *Flusso di split* della fase di vaporizzazione

concetto di **ELIMINATION RATE** (ul/min) :

^ è la quantità di solvente eliminata (per vaporizzata) in funzione del tempo ^

dipende da:

- il tipo di solvente (*punto di ebollizione*)
- il volume del solvente da vaporizzare (*volume da iniettare*)
- il flusso che lambisce il solvente (***Flusso di split***)
- temperatura (*... dell'iniettore*)
- tempo di esposizione (***Durata della fase di vaporizzazione***)

PTV – Solvent Vent / CRITERI per la scelta dei parametri

INDIVIDUAZIONE DEI PARAMETRI di *Durata* e *Flusso di split* della fase di vaporizzazione

concetto di **ELIMINATION RATE** (ul/min) :

^ è la quantità di solvente eliminata (per vaporizzata) in funzione del tempo ^

conoscendo l' ELIMINATION RATE di un solvente,

*posso calcolare/valutare **Durata** e **Flusso di split** della fase di vaporizzazione*

*per questo si utilizzerà una funzione software presente sia negli applicativi di **Agilent Technologies** che **Thermo Fisher Scientific***

PTV – Solvent Vent / CRITERI per la scelta dei parametri

TQ 7010/Enhanced MassHunter - DEFAULT.M / default.eihs.tune.xml / default.sequence.xml

Method Instrument Sequence View Abort Window Help

Instrument Control

Run Status: Offline
Instrument Status: Offline

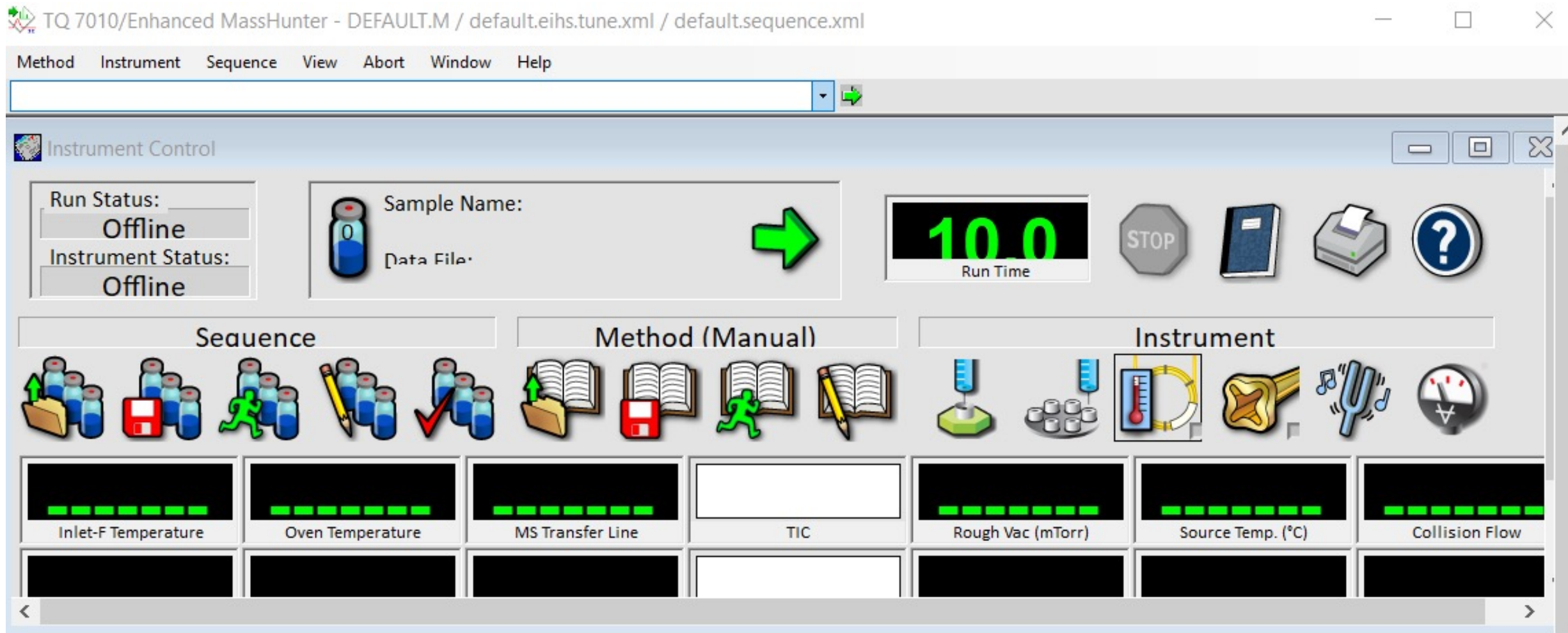
Sample Name: _____
Data File: _____

Run Time: 10.0

STOP

Sequence Method (Manual) Instrument

Inlet-F Temperature Oven Temperature MS Transfer Line TIC Rough Vac (mTorr) Source Temp. (°C) Collision Flow

The screenshot displays the 'Instrument Control' window of the ThermoFisher MassHunter software. At the top, the window title is 'TQ 7010/Enhanced MassHunter - DEFAULT.M / default.eihs.tune.xml / default.sequence.xml'. Below the title bar is a menu bar with 'Method', 'Instrument', 'Sequence', 'View', 'Abort', 'Window', and 'Help'. The main interface is divided into several sections. On the left, there are status indicators for 'Run Status' and 'Instrument Status', both showing 'Offline'. To the right of these are fields for 'Sample Name' and 'Data File', with a large green arrow pointing to the right. Further right is a digital display showing '10.0' with 'Run Time' underneath, and a 'STOP' button. Below these are icons for a notebook, a printer, and a help icon. The central part of the interface is organized into three main functional areas: 'Sequence', 'Method (Manual)', and 'Instrument'. Each area contains a set of icons representing different actions like loading, saving, running, and editing. At the bottom, there is a row of seven monitoring panels, each with a green progress bar and a label: 'Inlet-F Temperature', 'Oven Temperature', 'MS Transfer Line', 'TIC', 'Rough Vac (mTorr)', 'Source Temp. (°C)', and 'Collision Flow'. The 'TIC' panel is currently blank, while the others show varying levels of green bars.

PTV – Solvent Vent / CRITERI per la scelta dei parametri

TQ 7010/Enhanced MassHunter - DEFAULT.M / default.eihs.tune.xml / default.sequence.xml

Method Instrument Sequence View Abort Window Help

Instrument Control

Run Status: Offline
Instrument Status: Offline

Sample Name: []
Data File: []

Run Time: 10.0

STOP [] [] [] []

Sequence Method (Manual) Instrument

Inlet-F Temperature Oven Temperature MS Transfer Line TIC Rough Vac (mTorr) Source Temp. (°C) Collision Flow

The screenshot displays the 'Instrument Control' window of the MassHunter software. At the top, the title bar shows the file path: 'TQ 7010/Enhanced MassHunter - DEFAULT.M / default.eihs.tune.xml / default.sequence.xml'. Below the title bar is a menu bar with options: 'Method', 'Instrument', 'Sequence', 'View', 'Abort', 'Window', and 'Help'. The main interface is divided into several sections. On the left, there's a 'Run Status' section showing 'Offline' for both 'Run Status' and 'Instrument Status'. To the right of this is a 'Sample Name' and 'Data File' input area with a green arrow pointing right. Further right is a 'Run Time' display showing '10.0' in green on a black background. Below these are several control icons: a 'STOP' sign, a notebook, a printer, and a question mark. The central part of the interface is organized into three main categories: 'Sequence', 'Method (Manual)', and 'Instrument'. Each category contains several icons representing different actions or states. The 'Instrument' category is highlighted with a red box, and it contains a thermometer icon. Below these categories are several monitoring panels, each with a green progress bar and a label: 'Inlet-F Temperature', 'Oven Temperature', 'MS Transfer Line', 'TIC', 'Rough Vac (mTorr)', 'Source Temp. (°C)', and 'Collision Flow'. The 'Source Temp. (°C)' panel is currently empty.


PTV – Solvent Vent / CRITERI per la scelta dei parametri

The image displays a software interface for configuring a chromatography system. On the left, a flow path diagram shows the 'Front MM Inlet' (16.9 psi, 49.9 °C) and 'Back SS Inlet' (6.5 psi, 280 °C) connected to 'Column #1' (50 °C, 1 mL/min) and 'Column #2' (50 °C, 0.9 mL/min). Below this, a tree view shows 'ALS' > 'Inlets' > 'MMI - Front' highlighted with a red box. The main window is the 'Solvent Elimination Wizard', which includes a 'Welcome' message and input fields for 'Solvent' (acetone), 'Injection Volume' (10 µL), 'Boiling Point of first eluting analyte' (100 °C), and 'Syringe Capacity' (Unknown). Buttons for 'LVI Method Help', 'Next', 'Cancel', and 'Help' are visible. At the bottom, the 'Inlet Mode (Solvent Vent)' section is highlighted with a red box, showing 'Solvent Vent' selected in a dropdown, with 'Purge Flow to Split Vent' set to 15 mL/min at 1 min, and 'Vent' set to 0 mL/min, 0 psi until 0 min.

PTV – Solvent Vent / CRITERI per la scelta dei parametri

Solvent Elimination Wizard

**Agilent
Solvent Elimination
Wizard**



Welcome to the Solvent Elimination Calculator!

Please supply the following information.

If you don't know the first analyte boiling point, leave it at 150 °C.

Solvent:
acetonitrile

Injection Volume (uL)
5 µL

Boiling Point of first eluting analyte (°C)
150 °C


Syringe Capacity (uL)
Unknown

LVI Method Help Next Cancel Help

PTV – Solvent Vent / CRITERI per la scelta dei parametri

Solvent Elimination Wizard

**Agilent
Solvent Elimination
Wizard**



Agilent Technologies

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

Elimination Rate ($\mu\text{L}/\text{min}$)	21.68
Suggested Injection Rate ($\mu\text{L}/\text{min}$)	10.84
Suggested Vent Time (min)	0.46

Inlet Temperature ($^{\circ}\text{C}$)

Vent Flow (mL/min)

Injected Volume (μL)

Vent Pressure (gauge) kPa

Outlet Pressure (gauge) psi


bar

Solvent

PTV – Solvent Vent / CRITERI per la scelta dei parametri

Solvent Elimination Wizard

**Agilent
Solvent Elimination
Wizard**



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

Elimination Rate ($\mu\text{L}/\text{min}$)	21.68
Suggested Injection Rate ($\mu\text{L}/\text{min}$)	10.84
Suggested Vent Time (min)	0.46

Inlet Temperature ($^{\circ}\text{C}$)

Vent Flow (mL/min)

Injected Volume (μL)

Vent Pressure (gauge) kPa

Outlet Pressure (gauge) psi

bar

Solvent

PTV – Solvent Vent / CRITERI per la scelta dei parametri

Solvent Elimination Wizard

**Agilent
Solvent Elimination
Wizard**

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

Elimination Rate ($\mu\text{L}/\text{min}$)	21.68
Suggested Injection Rate ($\mu\text{L}/\text{min}$)	10.84
Suggested Vent Time (min)	0.46

Inlet Temperature ($^{\circ}\text{C}$)

Vent Pressure (gauge) kPa

Vent Flow (mL/min) psi

Outlet Pressure (gauge) bar

Injected Volume (μL)

Solvent

PTV – Solvent Vent / CRITERI per la scelta dei parametri

Solvent Elimination Wizard

**Agilent
Solvent Elimination
Wizard**

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

Elimination Rate (µL/min)	21.68
Suggested Injection Rate (µL/min)	10.84
Suggested Vent Time (min)	0.46

Inlet Temperature (°C)

Vent Flow (mL/min)

Injected Volume (µL)

Vent Pressure (gauge) kPa
 psi
 bar

Outlet Pressure (gauge)

Solvent

Durata

Flusso di split

LVI Method Help Previous Next Cancel Help


ALCUNE CONSIDERAZIONI

- 1) E' preferibile tenere bassa la Durata della fase di vaporizzazione, entro i 0.2 – 0,3 min per piccoli volumi, tipo 3 – 5 ul e non oltre i 0.5 min fino a 10 ul di volume iniettato, la cosa è facilmente ottenibile aumentando il **Flusso di split**. Evitare di fare il contrario !!!
- 2) Per volumi di iniezioni fino a 20-30 ul, è possibile ignorare il parametro di Injection rate visto nella precedente schermata, che deve rimanere sempre piu basso dell'elimination rate. Per volumi importanti, fino a 200 ul il rispetto di valore di injection rate suggerito dal software è mandatorio !
L'Injection Rate va impostato nella schermata dell'autocampionatore.

PTV – Solvent Vent / CRITERI per la scelta dei parametri

Solvent Elimination Wizard

**Agilent
Solvent Elimination
Wizard**



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

Elimination Rate ($\mu\text{L}/\text{min}$)	21.68
Suggested Injection Rate ($\mu\text{L}/\text{min}$)	10.84
Suggested Vent Time (min)	0.46

Inlet Temperature ($^{\circ}\text{C}$)

Vent Flow (mL/min)

Injected Volume (μL)

Vent Pressure (gauge) kPa

Outlet Pressure (gauge) psi

bar

Solvent


ALCUNE CONSIDERAZIONI

- 1) E' preferibile tenere bassa la Durata della fase di vaporizzazione, entro i 0.2 – 0,3 min per piccoli volumi, tipo 3 – 5 ul e non oltre i 0.5 min fino a 10 ul di volume iniettato, la cosa è facilmente ottenibile aumentando il **Flusso di split**. Evitare di fare il contrario !!!
- 2) Per volumi di iniezioni fino a 20-30 ul, è possibile ignorare il parametro di Injection rate visto nella precedente schermata, che deve rimanere sempre piu basso dell'elimination rate. Per volumi importanti, fino a 200 ul il rispetto del valore di injection rate suggerito dal software è mandatorio !
L'Injection Rate va impostato nella schermata dell'autocampionatore.
- 3) Una pressione alta, per esempio il doppio o il triplo rispetto a quella delle condizioni iniziali (8-12 psi con colonna di 30m x 0,25mm a 50°C con flusso di Elio a 1.2 ml/min), quindi con valori tra 15 ed i 36 psi, come è normale avere nelle iniezione pulsed pressure, provoca un aumento del punto di ebollizione del solvente, che può anche raddoppiare. Normalmente non è un problema, ma è bene tenerlo presente.

PTV – Solvent Vent / CRITERI per la scelta dei parametri

Solvent Elimination Wizard

**Agilent
Solvent Elimination
Wizard**



Confirm Copy values to Method Editor.
(Check parameters to change.)

<input checked="" type="checkbox"/>	Inlet temperature	50 °C
<input checked="" type="checkbox"/>	Initial hold time	0.46 min
<input checked="" type="checkbox"/>	First ramp rate	600 °C/min
<input checked="" type="checkbox"/>	First temperature	325 °C
<input checked="" type="checkbox"/>	First hold time	5 min
<input checked="" type="checkbox"/>	Vent time	0.46 min
<input checked="" type="checkbox"/>	Vent pressure	8 psi
<input checked="" type="checkbox"/>	Vent flow rate	50 mL/min
<input checked="" type="checkbox"/>	Purge time	2.96 min
<input checked="" type="checkbox"/>	Purge flow rate	60 mL/min
<input type="checkbox"/>	Injection volume	5 µL
<input type="checkbox"/>	Injection rate	11 µL/min
<input type="checkbox"/>	Oven initial temperature	50 °C
<input type="checkbox"/>	Oven initial hold time	2.96 min

LVI Method Help Previous **Confirm and Copy** Cancel Help

PTV – Solvent Vent / parametri PTV/MMI nel software Agilent

GC Edit Parameters

Front Inlet Flow Path

Front MM Inlet
16.9 psi [16.9 psi]
50.1 °C [50 °C]

Column #1
50 °C [50 °C]
1 mL/min

MSD

Back Inlet Flow Path

Back SS Inlet
6.5 psi [6.5 psi]
280 °C [280 °C]

Column #2
50 °C [50 °C]
0.9 mL/min

Options

Select...

- ALS
- Back Injector Tray / Other
- Inlets
 - MMI - Front**
 - SSL - Back
- Columns
- Oven
- Aux Heaters
- Events
- Signals
- Configuration
 - Miscellaneous
 - Columns
 - Modules
 - ALS
- Backflush
- Readiness
- GC Calculators

MM Inlet Select Liner... A Liner has not been selected.

Options

	Rate °C/min	Value °C	Hold Time min	Run Time min
▶ (Initial)		50	0.46	0.46
Ramp 1	600	325	5	50.75
Final value will be extended by GC run time.				

Septum Purge Flow Mode: Switched

Post Run: 0 °C

Post Run Total Flow: 25 mL/min

Inlet Mode (Solvent Vent)

Solvent Vent ▼

Purge Flow to Split Vent: 60 mL/min at 2.96 min

Vent: 50 mL/min 8 psi until 0.46 min

Gas Saver (On)

On 15 mL/min After: 1 min

Cryo (Off)

On (N2)

PTV – Solvent Vent / parametri PTV/MMI nel software Agilent

Select...

- ▼ ALS
 - Back Injector Tray / Other
- ▼ Inlets
 - MMI - Front**
 - SSL - Back
- Columns
- Oven
- Aux Heaters
- Events
- Signals
- ▼ Configuration
 - Miscellaneous
 - Columns
 - Modules
 - ALS
- Backflush
- Readiness
- GC Calculators

MM Inlet Select Liner... A Liner has not been selected.

	Actual	Setpoint
<input checked="" type="checkbox"/> Heater:	50.1 °C	50 °C
<input checked="" type="checkbox"/> Pressure:	16.856 psi	16.856 psi
Total Flow:	17 mL/min	17 mL/min
<input checked="" type="checkbox"/> Septum Purge Flow:	1.001 mL/min	1 mL/min
Septum Purge Flow Mode:	Switched ▼	

	Rate °C/min	Value °C	Hold Time min	Run Time min
▶ (Initial)		50	0.46	0.46
Ramp 1	600	325	5	50.75
*				

Final value will be extended by GC run time.

Post Run:

Post Run Total Flow:

▲ Inlet Mode (Solvent Vent)

Solvent Vent ▼ Solvent Elimination Wizard...

Purge Flow to Split Vent: at 2.96 min

Vent: until

▲ Gas Saver (On)

On After:

▲ Cryo (Off)

On (N2)

PTV – Solvent Vent / parametri PTV/MMI nel software Agilent

MM Inlet A Liner has not been selected.

	Actual	Setpoint
<input checked="" type="checkbox"/> Heater:	50.1 °C	50 °C
<input checked="" type="checkbox"/> Pressure:	16.856 psi	16.856 psi
Total Flow:	17 mL/min	17 mL/min
<input checked="" type="checkbox"/> Septum Purge Flow:	1.001 mL/min	1 mL/min
Septum Purge Flow Mode:	Switched	

	Rate °C/min	Value °C	Hold Time min	Run Time min
▶ (Initial)		50	0.46	0.46
Ramp 1	600	325	5	50.75
*				

Final value will be extended by GC run time.

Post Run:

Post Run Total Flow:

Inlet Mode (Solvent Vent)

Solvent Vent

Purge Flow to Split Vent: at

Vent: until

Gas Saver (On)

On After:

PTV – Solvent Vent / parametri PTV/MMI nel software Agilent

MM Inlet A Liner has not been selected.

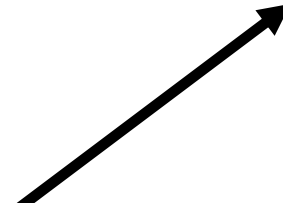
	Actual	Setpoint
<input checked="" type="checkbox"/> Heater:	50.1 °C	50 °C
<input checked="" type="checkbox"/> Pressure:	16.856 psi	16.856 psi
Total Flow:	17 mL/min	17 mL/min
<input checked="" type="checkbox"/> Septum Purge Flow:	1.001 mL/min	1 mL/min
Septum Purge Flow Mode:	Switched	

	Rate °C/min	Value °C	Hold Time min	Run Time min
▶ (Initial)		50	0.46	0.46
Ramp 1	600	325	5	50.75
*				

Final value will be extended by GC run time.

Post Run: 0 °C

Post Run Total Flow: 25 mL/min



fase di pre-injection

Inlet Mode (Solvent Vent)

Solvent Vent

Purge Flow to Split Vent: 60 mL/min at 2.96 min

Vent: 50 mL/min 8 psi until 0.46 min

Gas Saver (On)

On 15 mL/min After: 1 min

PTV – Solvent Vent / parametri PTV/MMI nel software Agilent

MM Inlet A Liner has not been selected.

	Actual	Setpoint
<input checked="" type="checkbox"/> Heater:	50.1 °C	50 °C
<input checked="" type="checkbox"/> Pressure:	16.856 psi	16.856 psi
Total Flow:	17 mL/min	17 mL/min
<input checked="" type="checkbox"/> Septum Purge Flow:	1.001 mL/min	1 mL/min
Septum Purge Flow Mode:	Switched	

	Rate °C/min	Value °C	Hold Time min	Run Time min
▶ (Initial)		50	0.46	0.46
Ramp 1	600	325	5	50.75
*				

Final value will be extended by GC run time.

Post Run: 0 °C

Post Run Total Flow: 25 mL/min

Inlet Mode (Solvent Vent)

Solvent Vent

Purge Flow to Split Vent: 60 mL/min at 2.96 min

Vent: 50 mL/min 8 psi until 0.46 min

Gas Saver (On) On 15 mL/min After: 1 min

Flusso di split →

fase di vaporizzazione →

Durata →

PTV – Solvent Vent / parametri PTV/MMI nel software Agilent

MM Inlet A Liner has not been selected.

	Actual	Setpoint
<input checked="" type="checkbox"/> Heater:	50.1 °C	50 °C
<input checked="" type="checkbox"/> Pressure:	16.856 psi	16.856 psi
Total Flow:	17 mL/min	17 mL/min
<input checked="" type="checkbox"/> Septum Purge Flow:	1.001 mL/min	1 mL/min
Septum Purge Flow Mode:	Switched	

	Rate °C/min	Value °C	Hold Time min	Run Time min
▶ (Initial)		50	0.46	0.46
Ramp 1	600	325	5	50.75
*				

Final value will be extended by GC run time.

Post Run: 0 °C

Post Run Total Flow: 25 mL/min

Inlet Mode (Solvent Vent)

Solvent Vent

Purge Flow to Split Vent:
60 mL/min at 2.96 min

Vent
50 mL/min 8 psi until 0.46 min

Gas Saver (On)

On 15 mL/min After: 1 min

PTV – Solvent Vent / parametri PTV/MMI nel software Agilent

MM Inlet A Liner has not been selected.

	Actual	Setpoint
Heater:	50.1 °C	50 °C
	16.856 psi	16.856 psi
	17 mL/min	17 mL/min
Septum Purge Flow:	1.001 mL/min	1 mL/min

Septum Purge Flow Mode: **Switched**

	Rate °C/min	Value °C	Hold Time min	Run Time min
▶ (Initial)		50	0.46	0.46
Ramp 1	600	325	5	50.75
*				

Final value will be extended by GC run time.

Post Run: 0 °C

Post Run Total Flow: 25 mL/min

UN ERRORE COMUNE

Inlet Mode (Solvent Vent)

Solvent Vent

Purge Flow to Split Vent: 60 mL/min at 2.96 min

Vent: 50 mL/min 8 psi until 0.46 min

Gas Saver (On)

On 15 mL/min After: 1 min

il Gas Saver deve sempre avere un valore maggiore di questa voce !!!

attenzione al Gas Saver !!!

PTV – LINER

I liner per PTV / MMI presentano una cavità non lineare, con delle discontinuità, rappresentate da semplice lana di vetro inerte, o preferibilmente dalla sagomatura interna del liner stesso.

L'obiettivo di tale forma è ridurre il percolamento del liquido iniettato, evitare che arrivi al fondo, più precisamente vaporizzare il solvente prima che arrivi al fondo o peggio all'interno della colonna in forma liquida.



PTV – LINER



PTV Agilent Technologies



MMI Agilent Technologies



PTV Thermo Fischer Scientific

PTV – SETTI

Fondamentalmente esistono due tipi di setto, fra loro complementari

BTO o altro nome, normalmente di colore rosso



best for PTV !!



Fisicamente molto robusto, resiste ad un elevato numero di iniezioni prima che inizi a sfaldarsi e ad alte temperature, anche 400°C e oltre, ma è più fragile dal punto di vista chimico, tende a spurgare dopo qualche mese di utilizzo e di conseguenza rilascia ftalati in maniera sensibile nel liner e quindi in colonna. Indicato per chi fa un elevato numero di iniezioni o utilizza siringhe con aghi grandi (HS, SPME o siringhe di grande volume per LVI)

Septa Green o altro nome, normalmente di colore verde



Fisicamente meno robusto dei BTO, si sfalda prima, ma è molto stabile dal punto di vista chimico, basso spurgo anche dopo parecchi mesi dall'installazione, indicato a chi non fa un elevato numero di iniezioni giornaliere e non ha bisogno di lavorare a temperature elevatissime, sopra i 350°C.

Non adatto per tecniche di iniezioni con aghi di diametro generoso, pena la frequente sostituzione.

SSL – SETTO MERLIN

Setto con struttura complessa e meccanizzata

E' un setto di tipo Long Life, sostiene oltre 2000 iniezione, è inerte e quindi a basso spurgo.

La sua particolarità è la presenza di una sorta di clip metallica alla base, che sta a guardia del foro, garantendone sempre la tenuta.

Per questo è particolarmente indicato con tecniche di iniezione che fanno uso di aghi larghi, almeno 23 gauge (0,63 mm), quali SPME, HS o LVI



Grazie per l'attenzione



dfchimica.it

