

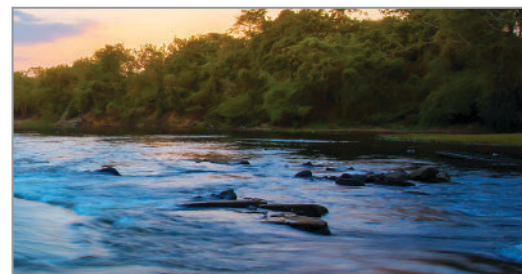
Umfassende GC-MS/MS-Methode für die Analyse halbflüchtiger Verbindungen im Spurenbereich

Erhalten Sie die Datenqualität bei gleichzeitiger Senkung der Nachweisgrenzen mit einer RMX-5Sil MS-Säule

Von Erica Pack, Jason Hoisington, Chris English, Ramkumar Dhandapani, Colton Myers

Wichtigste Highlights

- Die TriMax-Deaktivierung der nächsten Generation sorgt für einen robusten und äußerst neutralen Probenflussweg.
- Die maximale Inertheit verbessert die Peakform für eine Vielzahl halbflüchtiger Verbindungen und ermöglicht niedrigere Kalibrierbereiche sowie eine analytische Empfindlichkeit im Pikogrammbereich.
- Die maximale Säulenperformance unterstützt erweiterte Analytenlisten und kleinere Probenextraktionsvolumina.



Zusammenfassung

Diese Studie untersucht die Auswirkungen einer bahnbrechenden TriMax-Deaktivierung auf die GC-MS/MS-Analyse von halbflüchtigen Verbindungen. Die Performance von vier häufig verwendeten analytischen Säulen wurde mithilfe von Tests zur Peakasymmetrie, Kalibrierungslinearität, Wiederfindung und Wiederholbarkeit für eine Vielzahl von Verbindungen mit unterschiedlichen chemischen Eigenschaften verglichen. Die Ergebnisse zeigen, dass RMX-5Sil MS-Säulen, die mit der neuen TriMax-Deaktivierungstechnologie hergestellt wurden, eine deutlich inertere Oberfläche aufweisen, die die Leistungskriterien für saure, basische und neutrale halbflüchtige Stoffe erfüllt, während andere Säulen diese Kriterien nur für bestimmte Klassen von Verbindungen erfüllten. Die konkurrenzfähige Performance bei einer Vielzahl von halbflüchtigen Verbindungen in geringen Konzentrationen ermöglicht es Laboren, ihre Arbeitsabläufe durch vereinfachte Protokolle zur Probenextraktion oder Methodenkonsolidierung zu optimieren. Die bei den RMX-5Sil MS-Säulen verwendete TriMax-Deaktivierungstechnologie hat Aktivitätsprobleme überwunden, die die quantitative Gesamtleistung von Säulen anderer Hersteller nachweislich beeinträchtigen.

Verwandte Produkte

- RMX-5Sil MS column 30 m, 0.25 mm ID, 0.25 μ m (Art.-Nr. 17323)
- Topaz 4 mm Precision Inlet Liner m. Glaswolle (Art.-Nr. 23267)
- Elektronisches Lecksuchgerät von Restek (Art.-Nr. 28500)
- SVOC MegaMix 150 (Art.-Nr. 31907)
- GC-MS Tuning-Mix (Art.-Nr. 31615)
- Säuresurrogatgemisch (4/89 SOW) (Art.-Nr. 31025)
- Basenneutrales Surrogatgemisch (4/89 SOW) (Art.-Nr. 31024)
- Überarbeitetes Gemisch interner Standards für halbflüchtige Verbindungen (Art.-Nr. 31886)

Einführung

Halbflüchtige organische Verbindungen (SVOCs) werden aufgrund ihrer Verbreitung und der Risiken, die sie für die menschliche Gesundheit darstellen, weltweit in der Umwelt überwacht. GC-MS- und GC-MS/MS-Methoden sind gängige Ansätze zur Analyse halbflüchtiger Verbindungen in Umweltproben. Dank der höheren Empfindlichkeit der Tandem-Massenspektrometrie können Labore niedrigere Nachweisgrenzen einhalten und durch die Verringerung der Probenextraktionsvolumina Lösemittel und Zeit einsparen. Extraktionsmethoden mit geringerem Volumen sind meistens einfacher und verbrauchen weniger Lösemittel (wie z. B. Dichlormethan) als Standard-Extraktionsmethoden. Allerdings sind die Extrakte weniger konzentriert, was zur Einführung von GC-MS/MS-Methoden in Laboren führt, die den Lösemittelverbrauch reduzieren und gleichzeitig die Leistungsfähigkeit der Methode beibehalten möchten.

Halbflüchtige Stoffe umfassen eine Vielzahl von Verbindungen mit unterschiedlichen chemischen Eigenschaften, von denen einige bekanntermaßen mit aktiven Stellen (z. B. Silanolen) im Probenflussweg interagieren, was eine zuverlässige Erkennung geringer Konzentrationen erschwert. Um diese störenden Wechselwirkungen zu überwinden, können Labore unterschiedliche GC-Säulen für unterschiedliche Zielanalyten verwenden. Häufig werden Säulen des Typs „5“ oder „5sil“ mit mittlerer Polarität eingesetzt. Da Labore jedoch versuchen, die Nachweisgrenzen zu senken und die Empfindlichkeit ihrer Säulen zu erhöhen, werden die Nachteile der unterschiedlichen Herstellungsverfahren für einzelne Säulen des Typs „5“ immer deutlicher. Während neutrale Verbindungen normalerweise nicht von den auf der Oberfläche der GC-Säule verbleibenden aktiven Stellen beeinflusst werden, können saure und basische Verbindungen selbst auf kleinste Oberflächenunterschiede empfindlich reagieren. Da basische (Benzidin) und saure (Pentachlorphenol) Verbindungen Teil der Systemleistungsprüfungen sind und zunehmend empfindlichere Kalibrierungen gefordert werden, sind aktive Stellen auf der Oberfläche der GC-Säule derzeit Gegenstand intensiver Untersuchungen. GC-Säulen mit einer weitgehend effektiven Deaktivierung sind sehr begehrt, da sie bessere Ergebnisse für saure, basische und neutrale halbflüchtige Verbindungen liefern und Laboren ermöglichen, Produktivität und Rentabilität durch geringeren Lösemittelverbrauch, bessere Geräteleistung und mehr Möglichkeiten zur Methodenkonsolidierung zu verbessern.



Pure Chromatography

www.restek.com

In dieser Studie haben wir die Performance mehrerer GC-Säulen, die häufig für die Analyse halbfüchtiger Verbindungen verwendet werden, mit der Performance von RMX-5Sil MS-Säulen verglichen. RMX-5Sil MS-Säulen werden einer speziellen Deaktivierung der Säulenoberfläche unterzogen, bei der die TriMax-Technologie zum Einsatz kommt. Dabei werden durch eine robuste Polymerbeschichtung aktive Stellen eliminiert und es wird ein hochgradig inerter Probenflussweg erzeugt. Die RMX-5Sil MS-Säule verwendet ein herkömmliches 5sil-Polymer und ist somit ein direkter Ersatz für 5sil, während die hochneutrale Oberfläche die Peakform und Performance für eine Vielzahl von Verbindungen verbessert, was Kalibrierkurven für niedrigere Konzentrationen ermöglicht und dennoch die Anforderungen an die Datenqualität erfüllt.

Experimenteller Teil

Standard- und Probenvorbereitung

Kalibrierstandards, die saure, basische und neutrale halbfüchtige Verbindungen enthielten, wurden in Dichlormethan in Konzentrationen von 0.5 bis 5000 ppb hergestellt, um den niedrigsten linearen Kalibrierbereich für jeden Analyten zu bestimmen. Für jede Säule wurden frische Kalibrierstandards hergestellt. Außerdem wurden Standards für die Wiederfindungsprüfung im mittleren Bereich bei 50 ppb hergestellt.

Gerät

Die Proben wurden auf vier Arten von Säulen (RMX-5Sil MS, zwei Premium-Säulen eines Mitbewerbers und eine herkömmliche Säule eines Mitbewerbers) in den Formaten 30 m, 0.25 mm ID und 0.25 µm getestet. Ein Thermo TRACE 1310 GC in Verbindung mit einem TSQ 8000 Massenspektrometer wurde für die Analyse halbfüchtiger Verbindungen unter den unten aufgeführten Bedingungen verwendet. Die verwendeten Bedingungen wurden vereinfacht, um eine Standardisierung und einen direkten Vergleich der getesteten Säulen zu ermöglichen. Bei Routinearbeiten können andere Einstellungen für den Inlet, den Ofen oder den Detektor verwendet werden, um die chromatografischen Ergebnisse weiter zu verbessern. Die optimierten Bedingungen werden in einer separaten Studie mit sehr niedrigen Konzentrationen dargelegt, die eine erweiterte Liste von 150 häufig analysierten halbfüchtigen Verbindungen umfasst [1].

Injektionsvolumen: 1 µL

Liner: Topaz 4 mm Precision Inlet Liner m. Glaswolle (Art.-Nr. 23267)

Injektionsport: 250 °C; 5:1 Split; 1.2 mL/min

Trägergas: Helium

Ofentemperatur: 40 °C (1 min) auf 280 °C mit 12.4 °C/min auf 315 °C mit 3.3 °C/min (1 min)

Detektor: MS/MS; SRM-Modus; Temperatur der Transferleitung 280 °C; Quelle 330 °C (SRM-Übergänge siehe Abbildung 1)

Bewertung der Datenqualität

Die Datenqualität wurde in Bezug auf Asymmetrie, Linearität, Wiederfindung und Wiederholbarkeit ausgewertet, und die allgemeine Leistung für jede Metrik wurde gemäß den Kriterien in Tabelle I kategorisiert. Die Asymmetrie wurde für jede Verbindung als ein Maß für die Inertheit bewertet. Die Linearität wurde sowohl anhand von R^2 als auch anhand von %RSD bewertet. Die prozentuale Wiederfindung wurde für jeden Analyten am niedrigsten Kalibrierpunkt (LCP) und bei 50 ppb bestimmt, was als Wiederfindungstest im mittleren Messbereich verwendet wurde. Die Wiederholbarkeit der Wiederfindung wurde ebenfalls bei 50 ppb bestimmt.

Tabelle I: I Klassifizierungen der Datenqualität

	Ideal	Akzeptabel	Schlecht
Asymmetrie	0.9-1.2	0.5-0.9 oder 1.2-2	<0.5, >2
Linearität (R^2)	>0.995	0.990-0.995	<0.990
Linearität (%RSD)	<10%	11-20%	>20%
Wiederfindung (LCP)	70-130%	50-69% oder 131-200%	<50%, >200%
Wiederfindung (50 ppb)	70-130%	50-69% oder 131-200%	<50%, >200%
Wiederholbarkeit (%RSD bei 50 ppb)	<10%	11-20%	>20%

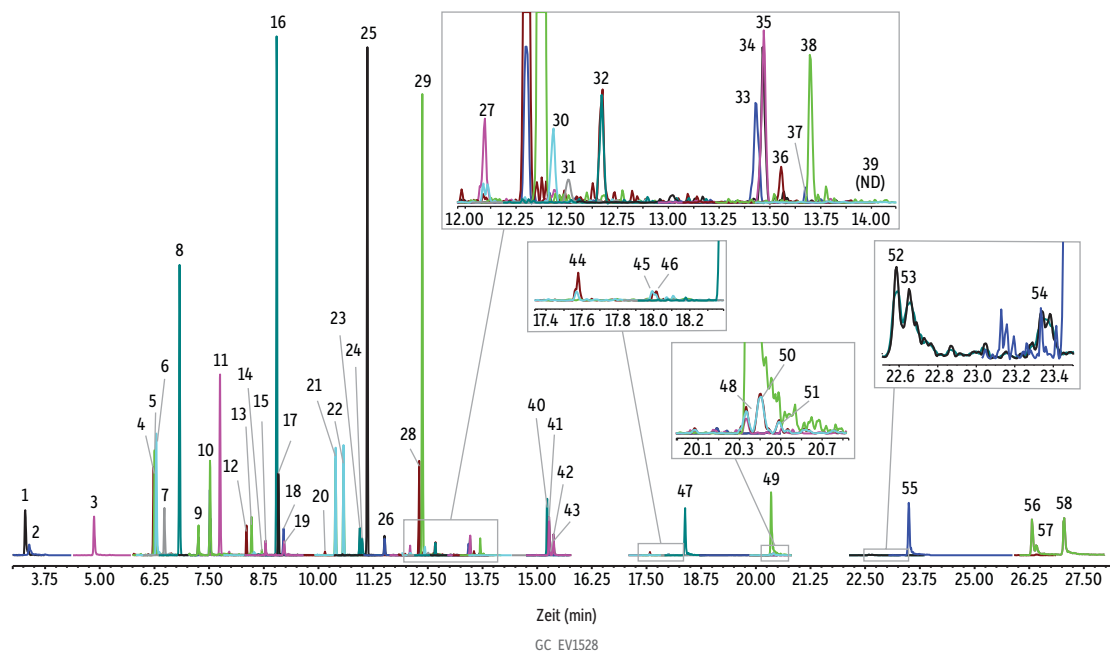
Ergebnisse und Diskussion

Chromatografische Performance

Silanole sind eine häufige Quelle für aktive Stellen auf der Fused Silica-Oberfläche von GC-Säulen. Deshalb verwenden Säulenhersteller unterschiedliche Deaktivierungsverfahren, um deren Auswirkungen zu reduzieren. Ist die Deaktivierung jedoch nicht vollständig wirksam, kann die Wechselwirkung eines Analyten mit Silanolen zu einer inkonsistenten oder verzögerten Abtrennung aus der stationären Phase führen, was zu Peak tailing und nachfolgenden Problemen wie Verschiebungen der Retentionszeit und schlechter Empfindlichkeit führt. Saure Verbindungen, insbesondere Phenole, können durch Wasserstoffbrückenbindung an Silanolen gebunden werden, während basische Verbindungen wie Benzidine Säure-Base-Wechselwirkungen mit der Oberfläche eingehen können. Eine der Herausforderungen bei der Analyse von halbflüchtigen Substanzen besteht darin, dass sie eine Vielzahl von Verbindungsklassen umfassen, die sich durch Wechselwirkungen mit unterschiedliche Mechanismen und Intensitäten auszeichnen, sodass die Säulendeaktivierung allgemein wirksam sein muss.

Um die Silanolaktivität effektiver zu neutralisieren, hat Restek für alle RMX-Säulen eine TriMax-Deaktivierung der nächsten Generation entwickelt. Dabei wird die Silanolaktivität der Oberfläche durch eine robuste Polymer/Fused Silica-Grenzfläche minimiert, die Wechselwirkungen zwischen Analyten und Silanol verhindert. Wie in Abbildung 1 dargestellt, führt dies zu einer ausgezeichneten chromatografischen Performance und scharfen, symmetrischen Peaks für eine Vielzahl von halbflüchtigen Verbindungen, darunter bekannte problematische Verbindungen wie 2,4-Dinitrophenol (2,4-DNP), Pentachlorphenol und Benzidin.

Abbildung 1: Unter den für die vergleichende Analyse verwendeten standardisierten Bedingungen wurden für zahlreiche halbflüchtige Verbindungen auf einer RMX-5Sil-MS-Säule ausgezeichnete Peakformen erzielt. (Optimierte Bedingungen für 150 halbflüchtige Verbindungen finden Sie in unserer Methode für niedrige Konzentrationen [1].)



Säule
Standard/Probe
RMX-5Sil MS, 30 m, 0.25 mm ID, 0.25 µm (Art.-Nr. 17323)
8270 Kalibriergemisch Nr. 1 (Art.-Nr. 31618)
8270 Kalibriergemisch Nr. 2 (Art.-Nr. 31619)
8270 Kalibriergemisch Nr. 5 (Art.-Nr. 31995)
Basenneutrales Surrogatgemisch (4/89 SOW) (Art.-Nr. 31024)
Säuresurrogatgemisch (4/89 SOW) (Art.-Nr. 31025)
Überarbeitetes Gemisch interner Standards für halbflüchtige Verbindungen (Art.-Nr. 31886)
Lösemittel:
Dichlormethan
Konz.:
50 ppb (interne Standards zu 100 ppb)
Injektion
Inj. Vol.:
1 µL Splitinjektion (Splitverhältnis 5:1)
Liner:
Topaz 4.0 mm ID Precision Liner m. Glaswolle (Art.-Nr. 23267)
Inj. Temp.:
250 °C
Split Vent Flussrate:
6 mL/min

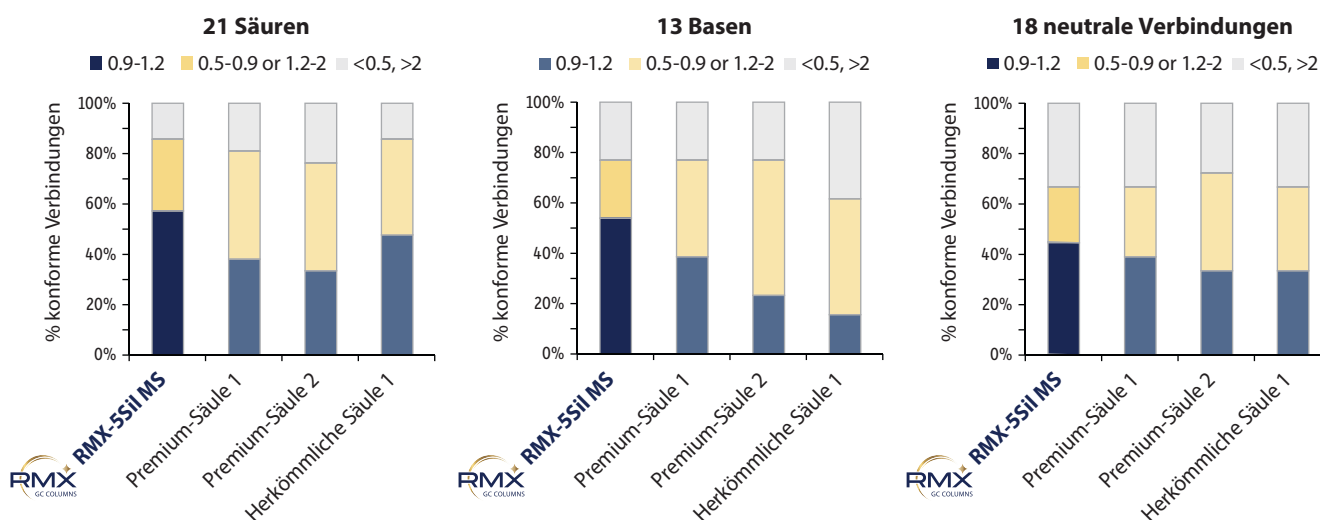
Ofen
Ofentemperatur:
40 °C (1 min) auf 280 °C mit 12.4 °C/min auf 315 °C mit 3.3 °C/min (1 min)
Trägergas
Flussrate:
He, konstanter Fluss
1.2 mL/min bei 40 °C
Detektor
Akquisitionstyp: SRM/MRM
Quellentemperatur:
330 °C
Transferleitungs-Temp.:
280 °C
Analysartyp:
Dreifach-Quadrupol
Ionisierungsmodus:
EI
Kollisionsgas:
Ar
Tuningtyp:
PFTBA
Einstellung des Emissionsstroms:
70 µA
Gerät
Thermo Scientific TSQ 8000 Triple Quadrupole GC-MS
Probenvorbereitung
Die Standards wurden kombiniert und auf eine Konzentration von 50 ppb verdünnt, wobei interne Standards in einer Konzentration von 100 ppb zugegeben wurden.

Abbildung 1: (Fortsetzung)

Peaks	tr (min)	Konz. (ng/mL)	Masse 1	Produkt 1	Kollisions- energie 1	Masse 2	Produkt 2	Kollisions- energie 2
1. N-Nitrosodimethylamin	3.55	50	74	44	6	74	42	16
2. Pyridin	3.59	50	79	51	26	52	26	18
3. 2-Fluorphenol	5.03	50	112	92	6	92	63	14
4. Phenol-d6	6.37	50	99	71	8	99	69	18
5. Phenol	6.40	50	94	66	10	94	65	16
6. Anilin	6.45	50	93	66	10	93	65	20
7. 2-Chlorphenol	6.62	50	128	64	14	128	63	24
8. 1,4-Dichlorbenzol-d4	6.96	100	150	115	14	150	78	26
9. 2-Methylphenol	7.38	50	108	80	8	108	77	24
10. 3- und 4-Methylphenol	7.66	50	70	43	6	107	77	14
11. Nitrobenzol-d5	7.89	50	128	82	12	128	54	28
12. 2-Nitrophenol	8.54	50	139	81	12	139	109	8
13. 2,4-Dimethylphenol	8.61	50	122	107	12	122	77	20
14. Benzoesäure	8.72	50	122	105	8	122	77	20
15. 2,4-Dichlorphenol	8.95	50	162	63	24	162	98	12
16. Naphthalin-d8	9.18	100	136	134	14	136	108	18
17. Naphthalin	9.23	50	128	102	16	129	103	14
18. 4-Chloranilin	9.35	50	127	100	10	127	65	20
19. 2,6-Dichlorphenol	9.37	50	162	63	24	164	63	26
20. 4-Chlor-3-methylphenol	10.28	50	142	107	12	107	77	12
21. 2-Methylnaphthalin	10.53	50	141	115	16	141	89	30
22. 1-Methylnaphthalin	10.71	50	141	115	16	141	89	30
23. 2,4,6-Trichlorphenol	11.09	50	132	97	10	196	97	24
24. 2,4,5-Trichlorphenol	11.09	50	132	97	10	196	97	24
25. 2-Fluorobiphenyl	11.26	50	172	171	12	172	170	22
26. o-Nitroanilin	11.66	50	138	92	12	138	65	22
27. Acenaphthylen	12.24	50	152	102	26	152	76	36
28. 3-Nitroanilin	12.49	50	138	92	12	138	65	20
29. Acenaphthen-d10	12.53	100	162	160	18	164	162	14
30. Acenaphthen	12.60	50	153	126	36	153	77	38
31. 2,4-Dinitrophenol	12.70	50	184	154	6	154	79	12
32. 4-Nitrophenol	12.90	50	139	109	6	139	81	14
33. 2,3,4,6-Tetrachlorphenol	13.21	50	232	168	12	234	131	24
34. 4-Nitroanilin	13.60	50	138	108	8	138	80	18
35. Fluoren	13.61	50	165	115	24	165	139	26
36. 4,6-Dinitro-2-methylphenol	13.71	50	198	168	6	198	121	10
37. Diphenylamin	13.88	50	169	66	22	170	66	22
38. 2,4,6-Tribromphenol	14.10	50	330	141	36	332	143	34
39. Pentachlorphenol	15.04	50	228	165	14	270	169	22
40. Phenanthren-d10	15.40	100	188	160	20	184	156	22
41. Phenanthren	15.46	50	178	152	18	178	151	32
42. Dinoseb	15.49	50	163	116	14	240	211	8
43. Anthracen	15.54	50	178	152	18	177	151	18
44. Fluoranthren	17.78	50	202	176	26	202	152	30
45. Benzidin	18.05	50	184	156	18	184	166	16
46. Pyren	18.20	50	200	174	22	200	149	34
47. p-Terphenyl-d14	18.57	50	244	242	14	244	240	22
48. 3,3'-Dichlorbenzidin	20.53	50	252	154	26	252	181	22
49. Chrysen-d12	20.55	100	240	238	14	240	236	30
50. Benz[a]anthracen	20.63	50	228	202	22	226	200	28
51. Chrysen	20.63	50	228	202	22	228	201	36
52. Benzo[b]fluoranthren	22.90	50	252	226	22	250	224	24
53. Benzo[k]fluoranthren	22.91	50	252	226	22	250	224	24
54. Benzo[a]pyren	23.66	50	252	226	22	250	224	26
55. Perylen-d12	23.81	100	264	262	20	264	260	34
56. Indeno[1,2,3-cd]pyren	26.74	50	276	274	38	276	250	30
57. Dibenzo[a,h]anthracen	26.80	50	139	126	8	139	113	14
58. Benzo[ghi]perylene	27.47	50	276	274	38	138	125	12

Um die Inertheit der RMX-5Sil MS-Säulen mit anderen Säulen zu vergleichen, die üblicherweise für die Analyse halbflüchtiger Stoffe verwendet werden, haben wir die Peakasymmetrie unter standardisierten Bedingungen bei 50 ppb ausgewertet. Die Konzentration von 50 ppb wurde für den Vergleich gewählt, um die Asymmetrie bei einer Kalibrierkonzentration im mittleren Bereich auszuwerten. Die Auswertung in diesem Bereich kompensiert Peak tailing, das bei niedrigen Konzentrationen in die Baseline übergehen könnte. Abbildung 2 zeigt, dass für saure, basische und neutrale halbflüchtige Stoffe mit der RMX-5Sil MS-Säule für mehr Verbindungen ideale Ergebnisse erzielt wurden als mit allen anderen getesteten Säulen. Der Unterschied war besonders ausgeprägt bei sauren und basischen Verbindungen, was eine genauere Identifizierung und Quantifizierung für ein breiteres Spektrum halbflüchtiger Stoffe in einem einzigen Lauf ermöglichte, was Laboren Möglichkeiten zur Methodenkonsolidierung bietet.

Abbildung 2: Eine Auswertung der Asymmetrie zeigt, dass die hochgradig inertesten RMX-5Sil MS-Säulen ideale Peakform-Ergebnisse für mehr saure, basische und neutrale halbflüchtige Verbindungen liefern als andere analytische Säulen.



Zusätzlich zu einer allgemeinen Verbesserung der Peakasymmetrie wurden bessere Peaksignale bei sehr niedrigen Konzentrationen für eine Reihe von halbflüchtigen Verbindungen beobachtet, die bekanntermaßen besonders problematisch sind (Abbildung 3). Gute Signale, die eine einfache Software-Integration ermöglichen, wurden für Pyridin, Benzidin, Benzoesäure, 2,4-Dinitrophenol und Pentachlorphenol auf der RMX-5Sil MS-Säule erzielt, während die Säulen von Mitbewerbern bei manchen Verbindungen eine ähnliche Leistung zeigten, bei anderen jedoch deutlich schlechter abschnitten. Die visuellen Unterschiede zwischen den Peakformen veranschaulichen, dass die Inertheit nach der RMX TriMax-Deaktivierung wirksamer ist als die bei herkömmlichen Deaktivierungen, die bei anderen Säulen verwendet werden.

Möchten Sie eine Methode bedarfsgerecht anpassen?

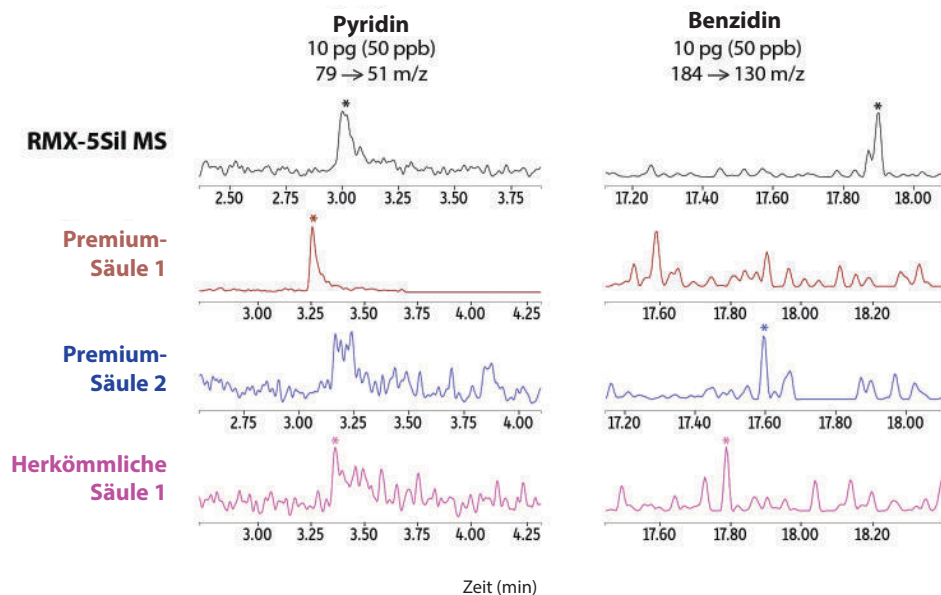
Geben Sie Ihre Zielanalyten in die kostenlose Pro EZGC-Chromatogramm-Modellierungssoftware von Restek ein und generieren Sie sofort optimierte Methodenbedingungen für Ihre spezifische Verbindungsliste.

Probieren Sie es jetzt aus!

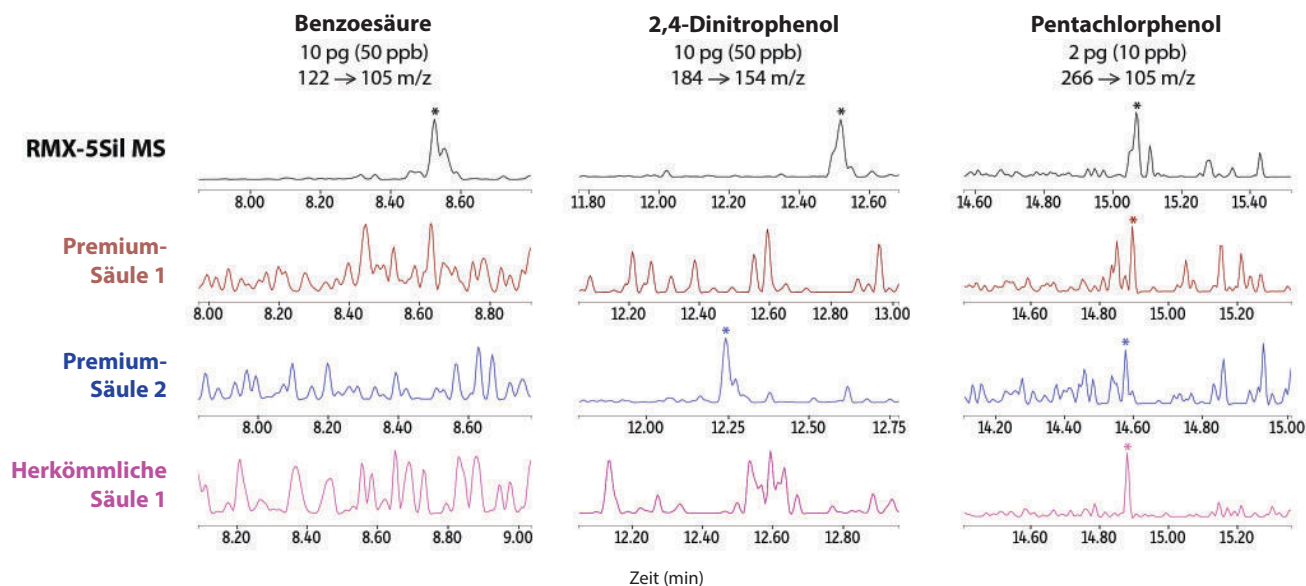


Abbildung 3: Die weitgehend inerten RMX-5SiI MS-Säulen erzeugten durchweg gute Peaksignale am niedrigsten Kalibrierpunkt (pg on-column) für eine Vielzahl problematischer aktiver Analyten.

Basische Verbindungen



Saure Verbindungen



Linearität

Die Peaksymmetrie verbessert die Integration und erhöht das anschließende Signal-Rausch-Verhältnis, was eine lineare Kalibrierung bei niedrigeren Konzentrationen ermöglicht. Die linearen Kalibrierbereiche für jede halbflüchtige Substanz wurden auf der RMX-5Sil MS-Säule bestimmt und variierten je nach Analyten (Tabelle II). Die Anzahl der Kalibrierpunkte lag zwischen 5 und 11, und die niedrigste Kalibrierkonzentration lag zwischen 0.5 und 100 ppb (0.1 bis 20 pg auf der Säule). Die Kalibrierlinearität variiert mit der Peakintegration, sodass die Integrationseinstellungen für jede Säule konstant gehalten wurden. Wenn sich die Peaks der Baseline nähern oder übermäßiges Tailing zeigen, ist eine manuelle Integration erforderlich, was zu einem höheren Zeitaufwand für den Analytiker pro Probe führt. Es können zusätzliche Kalibriermodelle angewendet werden, wie z. B. gewichtete lineare Kurven oder quadratische Kurven, aber eine ideale Kalibrierung wäre linear. Durch die Verwendung eines linearen Modells für jeden Analyten nimmt die Bedeutung der Peakintegration zu. Es ist jedoch zu beachten, dass der niedrigste lineare Kalibrierpunkt nicht unbedingt repräsentativ für die niedrigste Nachweisgrenze ist.

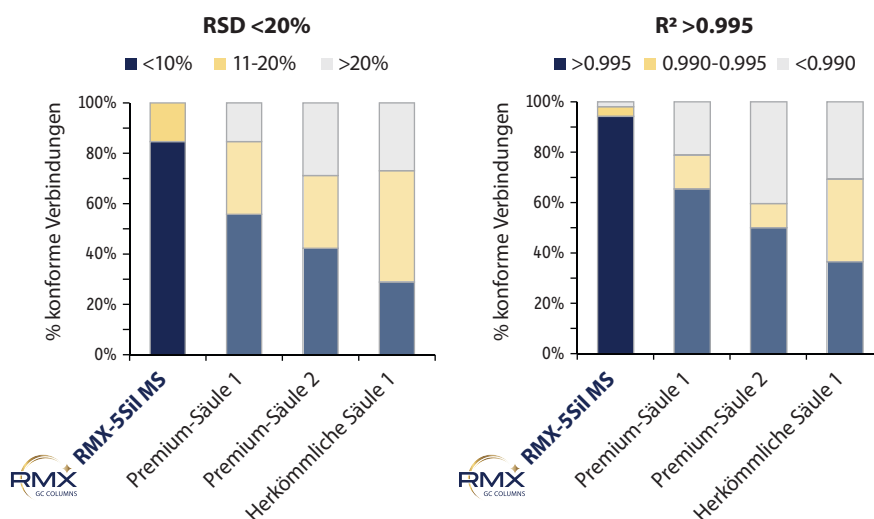
Tabelle II: Kalibrierbereich der Ergebnisse und Anzahl der Kalibrierpunkte für jede halbflüchtige Verbindung

Name	Min. (ppb)	Max. (ppb)	Anzahl der Punkte
N-Nitrosodimethylamin	2	1000	8
Pyridin	50	2000	6
2-Fluorphenol	0.5	20	6
Phenol-d6	2	200	6
Phenol	2	200	5
Anilin	2	200	6
2-Chlorphenol	0.5	200	7
2-Methylphenol	5	200	6
3- und 4-Methylphenol	2	1000	8
Nitrobenzol-d5	5	1000	6
2-Nitrophenol	5	200	5
2,4-Dimethylphenol	2	200	6
Benzoessäure	100	2000	5
2,4-Dichlorphenol	2	2000	9
Naphthalin	1	50	5
2,6-Dichlorphenol	1	100	5
4-Chloranilin	2	200	6
4-Chlor-3-methylphenol	5	2000	8
2-Methylnaphthalin	1	2000	10
1-Methylnaphthalin	1	2000	10
2,4,6-Trichlorphenol	5	1000	7
2,4,5-Trichlorphenol	10	2000	8
2-Fluorbiphenyl	0.5	2000	11
o-Nitroanilin	1	100	6

Name	Min. (ppb)	Max. (ppb)	Anzahl der Punkte
Acenaphthylen	5	200	5
3-Nitroanilin	2	100	6
Acenaphthen	5	2000	7
2,4-Dinitrophenol	50	2000	6
4-Nitrophenol	5	2000	8
2,3,4,6-Tetrachlorphenol	10	2000	7
Fluoren	5	2000	9
4-Nitroanilin	2	200	6
4,6-Dinitro-2-methylphenol	5	100	5
Diphenylamin	5	200	5
2,4,6-Tribromphenol	20	2000	7
Pentachlorphenol	10	1000	6
Phenanthren	1	200	7
Dinoseb	10	200	5
Anthracen	5	200	6
Fluoranthren	10	200	5
Benzzidin	50	2000	5
Pyren	5	100	5
p-Terphenyl-d14	1	200	7
3,3'-Dichlorbenzzidin	20	200	5
Benz[a]anthracen	20	500	5
Chrysen	10	1000	5
Benzo[b]fluoranthren	20	1000	5

Nachdem die linearen Kalibrierkurven auf der RMX-5Sil MS-Säule erstellt worden waren, wurden auf jeder Säule neue Kalibrierkurven mit denselben Einstellungen für Kalibrierbereich und Integration erstellt. Die lineare Anpassung für jede Kalibrierkurve wurde anhand von R^2 (ungewichtet) und dem Response-Faktor %RSD verglichen. Die Ergebnisse zeigten, dass die RMX-5Sil MS-Säule für mehr Verbindungen methodenkonforme Ergebnisse lieferte als die anderen Säulen (Abbildung 4). Die überlegenen R^2 - und %RSD-Werte auf der RMX-5Sil MS-Säule zeigen eine insgesamt bessere Linearität der Kalibrierkurve, was die quantitative Präzision und die Richtigkeit verbessert.

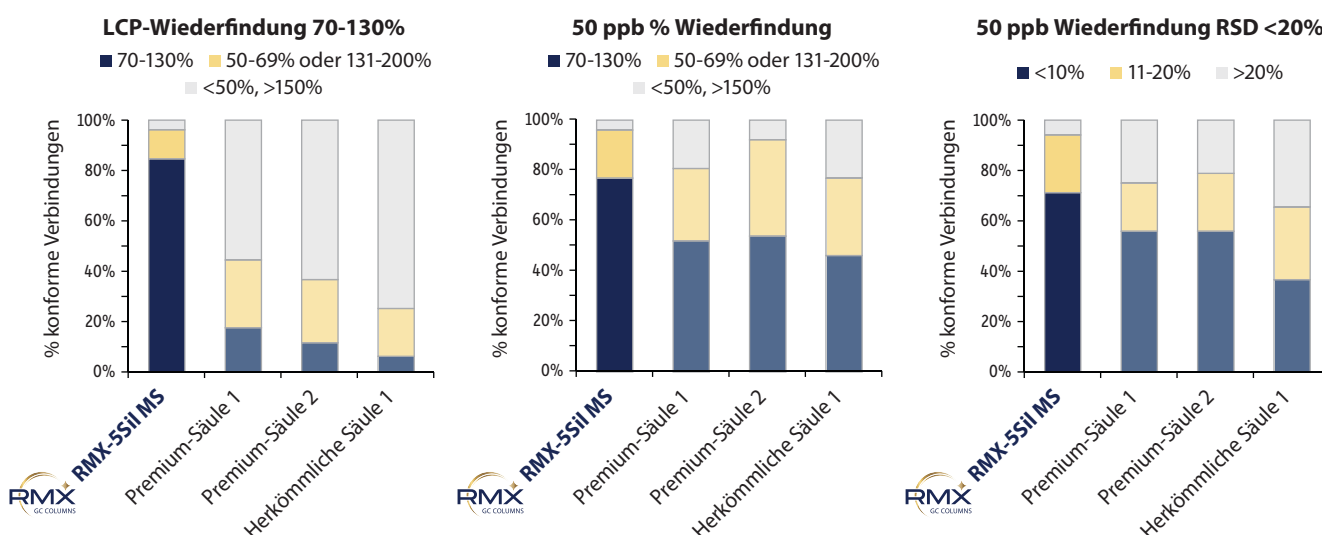
Abbildung 4: Mehr halbflüchtige Verbindungen erfüllen die Datenqualitätsziele ($>0.995 R^2$ und $<10\%$ RSD) auf RMX-5Sil MS-Säulen als auf anderen Säulen, was ihre überlegene Kalibrierlinearität beweist.



Wiederfindung

Die Wiederfindung wurde sowohl am niedrigsten Kalibrierpunkt als auch bei der mittleren Konzentration von 50 ppb bestimmt, um den Einfluss der Säulenauswahl zu bewerten. Die Wiederholbarkeit der Wiederfindungsergebnisse wurde bei der mittleren Konzentration von 50 ppb bewertet, da sie die Säulenperformance besser repräsentiert als der niedrigste Kalibrierpunkt (LCP), wo die Peakform eher durch das Grundrauschen des Geräts beeinflusst wird. Wie in Abbildung 5 dargestellt, waren die Wiederfindungsraten am LCP auf der RMX-5Sil MS-Säule wesentlich besser als auf den anderen getesteten Säulen, was auf eine effektivere Deaktivierung zurückzuführen ist, die die Peakresponse und die Peakintegration im Spurenbereich verbessert. Während die Wiederfindungsraten bei der mittleren Konzentration von 50 ppb für alle Säulen ziemlich ähnlich waren, waren die Wiederfindungsergebnisse auf der RMX-5Sil MS-Säule wesentlich konsistenter. Die Wiederholbarkeit hängt vom Verhältnis zwischen Peakform und Integrationsalgorithmus ab, und kleine Unterschiede in der Peakform können die Integration beeinflussen. Die hochkonsistenten Ergebnisse, die auf der RMX-5Sil MS-Säule erzielt wurden, zeigen, dass ihre TriMax-Deaktivierung die Oberflächenaktivität minimiert, die zur Variabilität zwischen den Injektionen beiträgt.

Abbildung 5: Die RMX-5Sil MS-Säule weist die meisten Verbindungen auf, die sowohl am niedrigsten Kalibrierungspunkt (LCP) als auch bei 50 ppb eine Wiederfindung von 70 bis 130% erreichen. Außerdem war sie sehr konsistent und hat die meisten Verbindungen, die $<10\%$ RSD bei 50 ppb erreichten.



Schlussfolgerung

Während Säulen vom Typ 5 und 5sil eine geeignete Selektivität für die Analyse halbflüchtiger Stoffe aufweisen und weltweit weit verbreitet sind, sind herkömmliche Deaktivierungen nicht vollständig wirksam, um aktive Stellen zu blockieren. Infolgedessen haben Labore Schwierigkeiten bei der Analyse aktiver Verbindungen, insbesondere in Spurenkonzentrationen. Die Produktivität kann weiter leiden, wenn mehrere Säulen für verschiedene Analytengruppen benötigt werden oder wenn die Qualitätskriterien nicht mehr erfüllt werden. Auf Basis der hier vorgestellten Vergleichsstudie ließ sich mit der bahnbrechenden TriMax-Deaktivierung, die bei RMX-5Sil MS-Säulen verwendet wird, eine deutlich inerte Säulenoberfläche erzielen, die eine bessere Performance für alle getesteten Verbindungsklassen ermöglichte. So wurden bei Verwendung von RMX-5Sil MS-Säulen die Datenqualitätsziele für mehr halbflüchtige Stoffe im Vergleich zu anderen analytischen Säulen erreicht. Diese verbesserte Performance für eine Vielzahl von sauren, basischen und neutralen Verbindungen bietet Laboren mehr Möglichkeiten, die Vorteile eines geringeren Lösemittelverbrauchs und einer Methodenkonsolidierung im Vergleich zu herkömmlichen Säulen des Typs 5 zu nutzen.

Literaturhinweise

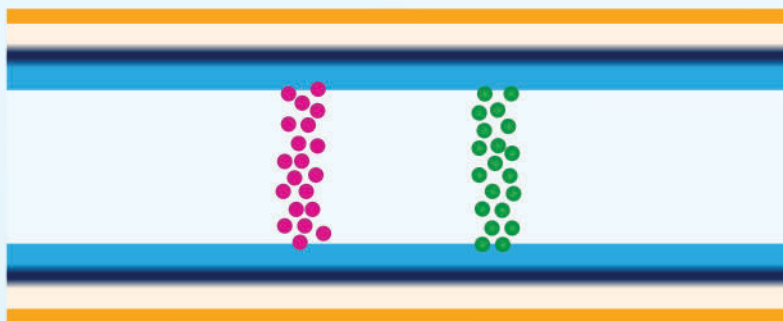
1. E. Pack, C. English, R. Dhandapani, and C. Myers, Increase lab efficiency with a consolidated trace-level semivolatiles method, Featured application note, EVFA5253, Restek Corporation, 2025.

Was macht RMX-Säulen besser?

Die hochwirksame TriMax-Deaktivierung schützt Analyten vor Wechselwirkungen mit der Oberfläche und verbessert die Peakform sowie die analytische Empfindlichkeit für eine Vielzahl von Verbindungen mit unterschiedlichen chemischen Eigenschaften



TriMax-Deaktivierung

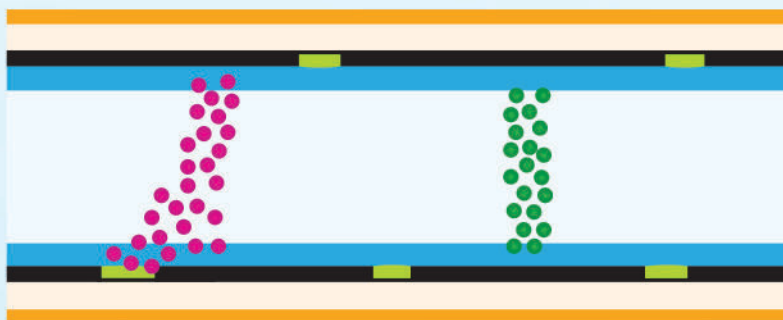


Inaktiv



Aktiv

Deaktivierung ohne TriMax



Inaktiv



Aktiv



- Inaktive Verbindungen:
Alkane, Alkene, Alkine usw.
- Aktive Verbindungen:
Säuren, Basen, Alkohole, Ester, Ether usw.
- Verbleibende aktive Stelle

Erfahren Sie noch heute
mehr über RMX-Säulen!



Vorgestellte Produkte



RMX-5Sil MS GC-Kapillarsäule

Art.-Nr.	Produktname	Einheiten
17323	RMX-5Sil MS GC-Kapillarsäule, 30 m, 0.25 mm ID, 0.25 µm	1



Topaz Precision Inlet Liner

Art.-Nr.	Produktname	Einheiten
23267	Topaz, Precision Inlet Liner, 4.0 mm x 6.3 x 78.5, für Thermo TRACE 1300/1310, 1600/1610 GCs m/SSL Inlets, Premium-Deaktivierung	5er Pck.



Elektronisches Lecksuchgerät von Restek

Art.-Nr.	Produktname	Einheiten
28500	Elektronisches Lecksuchgerät von Restek (inkl. Tragetasche, Universal-AC-Netzadapter [USA, Großbritannien, Europa, Australien, Japan], ca. 1.8 m langes USB-Ladekabel)	1

Benötigen Sie Hilfe bei der Auswahl von Anwendungen oder Produkten?

Kontaktieren Sie uns!



Benötigen Sie Hilfe bei Angeboten, Einkauf und mehr?

Kontaktieren Sie uns!



SVOC MegaMix 150-Kit, 1 mL/Ampulle; 6 Ampullen/Kit

Enthält jeweils eine Ampulle der folgenden Verbindungen.

Art.-Nr. 31850: 8270 MegaMix

Jeweils 1000 µg/mL in Methylenchlorid (3-Methylphenol und 4-Methylphenol zu 500 µg/mL), 1 mL/Ampulle

Acenaphthen (83-32-9)
Acenaphthylen (208-96-8)
Anilin (62-53-3)
Anthracen (120-12-7)
Azobenzol (103-33-3)*
Benz[a]anthracen (56-55-3)
Benzo[a]pyren (50-32-8)
Benzo[b]fluoranthren (205-99-2)
Benzo[g,h,i]perylene (191-24-2)
Benzo[k]fluoranthren (207-08-9)
Benzylalkohol (100-51-6)
Benzylbutylphthalat (85-68-7)
Bis(2-chlorethoxy)methan (111-91-1)
Bis(2-chlorethyl)ether (111-44-4)
Bis(2-ethylhexyl)adipat (103-23-1)
Bis(2-ethylhexyl)phthalat (117-81-7)
4-Bromphenylphenylether (101-55-3)
Carbazol (86-74-8)
4-Chloranilin (106-47-8)
4-Chlor-3-methylphenol (59-50-7)
2-Chlornaphthalin (91-58-7)
2-Chlorphenol (95-57-8)
4-Chlorphenylphenylether (7005-72-3)
Chrysen (218-01-9)
Dibenz[a,h]anthracen (53-70-3)
Dibenzofuran (132-64-9)
1,2-Dichlorbenzol (95-50-1)
1,3-Dichlorbenzol (541-73-1)
1,4-Dichlorbenzol (106-46-7)
2,4-Dichlorphenol (120-83-2)
Diethylphthalat (84-66-2)
2,4-Dimethylphenol (105-67-9)
Dimethylphthalat (131-11-3)
Di-n-butylphthalat (84-74-2)
1,2-Dinitrobenzol (528-29-0)
1,3-Dinitrobenzol (99-65-0)
1,4-Dinitrobenzol (100-25-4)
4,6-Dinitro-2-methylphenol (Dinitro-o-Cresol) (534-52-1)
2,4-Dinitrophenol (51-28-5)
2,4-Dinitrotoluol (121-14-2)
2,6-Dinitrotoluol (606-20-2)
Di-n-octylphthalat (117-84-0)
Diphenylamin (122-39-4)†
Fluoranthren (206-44-0)
Fluoren (86-73-7)
Hexachlorbenzol (118-74-1)
Hexachlorbutadien (87-68-3)
Hexachlorcyclopentadien (77-47-4)
Hexachlorethan (67-72-1)
Indeno[1,2,3-cd]pyren (193-39-5)
Isophoron (78-59-1)
1-Methylnaphthalin (90-12-0)
2-Methylnaphthalin (91-57-6)
2-Methylphenol (o-Cresol) (95-48-7)
3-Methylphenol (m-Cresol) (108-39-4)
4-Methylphenol (p-Cresol) (106-44-5)
Naphthalin (91-20-3)
2-Nitroanilin (88-74-4)
3-Nitroanilin (99-09-2)

4-Nitroanilin (100-01-6)
Nitrobenzol (98-95-3)
2-Nitrophenol (88-75-5)
4-Nitrophenol (100-02-7)
N-Nitrosodimethylamin (62-75-9)
N-Nitroso-di-n-propylamin (621-64-7)
2,2'-Oxybis(1-chlorpropan) (108-60-1)
Pentachlorphenol (87-86-5)
Phenanthren (85-01-8)
Phenol (108-95-2)
Pyren (129-00-0)
Pyridin (110-86-1)
2,3,4,6-Tetrachlorphenol (58-90-2)
2,3,5,6-Tetrachlorphenol (935-95-5)
1,2,4-Trichlorbenzol (120-82-1)
2,4,5-Trichlorphenol (95-95-4)
2,4,6-Trichlorphenol (88-06-2)

Art.-Nr. 31909: SVOC-Ergänzungen

Jeweils 1000 µg/mL in Methylenchlorid, 1 mL/Ampulle

Acrylamid (79-06-1)
Benzidin (92-87-5)
n-Decan (C10) (124-18-5)
Dibenz(a,h)acridin (226-36-8)
2,3-Dichloranilin (608-27-5)
3,3'-Dichlorbenzidin (91-94-1)
Dimethoat (60-51-5)
Dinoseb (88-85-7)
Disulfoton (298-04-4)
Famphur (52-85-7)
n-Hexadecan (C16) (544-76-3)
Inden (95-13-6)
Methylparathion (298-00-0)
6-Methylchrysen (1705-85-7)
4,4'-Methylen-bis(2-chloranilin) (101-14-4)
n-Octadecan (C18) (593-45-3)
Parathion (Ethylparathion) (56-38-2)
Phorast (298-02-2)
Chinolin (91-22-5)
Sulfotepp (3689-24-5)
α-Terpineol (98-55-5)
O,O,O-Triethylphosphorthioat (126-68-1)
Zalophus (Thionazin) (297-97-2)

Art.-Nr. 32459: Anhang IX Gemisch Nr. 1, überarbeitet

Jeweils 2000 µg/mL in Methylenchlorid, 1 mL/Ampulle

2-Acetylaminofluoren (53-96-3)
4-Aminobiphenyl (92-67-1)
p-Dimethylaminoazobenzol (60-11-7)
3,3'-Dimethylbenzidin (o-Tolidin) (119-93-7)
α,α-Dimethylphenethylamin (Phentermin) (122-09-8)
1-Naphthylamin (1-Aminonaphthalin) (134-32-7)
2-Naphthylamin (2-Aminonaphthalin) (91-59-8)
N-Nitrosodibutylamin (924-16-3)
N-Nitrosodiethylamin (55-18-5)
N-Nitrosomethylethylamin (10595-95-6)
N-Nitrosomorpholin (59-89-2)
N-Nitrosopiperidin (100-75-4)
N-Nitrosopyrrolidin (930-55-2)
5-Nitro-o-toluidin (99-55-8)
1,4-Phenylendiamin (106-50-3)
2-Picolin (109-06-8)
o-Toluidin (95-53-4)

Art.-Nr. 32460: Methapyrien

2000 µg/mL in Methylenchlorid, 1 mL/Ampulle
Methapyrienhydrochlorid (135-23-9)

Art.-Nr. 31806: Anhang IX Gemisch Nr. 2

Jeweils 1000 µg/mL in Methylenchlorid, 1 mL/Ampulle

Acetophenon (98-86-2)
Aramit (140-57-8)
Atrazin (1912-24-9)
Benzaldehyd (100-52-7)
Biphenyl (92-52-4)
ε-Caprolactam (105-60-2)
Chlorbenzilat (510-15-6)
1-Chlornaphthalin (90-13-1)
Diallat (2303-16-4)
Dibenz[a,j]acridin (224-42-0)
2,6-Dichlorphenol (87-65-0)
7,12-Dimethylbenz[a]anthracen (57-97-6)
1,4-Dioxan (123-91-1)
Diphenylether (101-84-8)
Ethylmethacrylat (97-63-2)
Ethylmethansulfonat (62-50-0)
Hexachlorpropen (1888-71-7)
Isodrin (465-73-6)
Isosafrol (cis & trans) (120-58-1)
Kepon (143-50-0)
3-Methylcholanthren (56-49-5)
Methylmethansulfonat (66-27-3)
1,4-Naphthochinon (130-15-4)
4-Nitrochinolin-N-oxid (56-57-5)
Pentachlorbenzol (608-93-5)
Pentachlorethan (76-01-7)
Pentachlornitrobenzol (Quintozen) (82-68-8)
Phenacetin (62-44-2)
Propyzamid (23950-58-5)
Safrol (94-59-7)
1,2,4,5-Tetrachlorbenzol (95-94-3)
1,3,5-Trinitrobenzol (99-35-4)

Art.-Nr. 31879: Benzoesäure

2000 µg/mL in Methylenchlorid, 1 mL/Ampulle
Benzoesäure (65-85-0)

*1,2-Diphenylhydrazin (in Methode 8270 aufgelisteter Analyt) zersetzt sich im Injektor zu Azobenzol (Komponente des Gemischs).

†N-Nitrosodiphenylamin ist eine reaktive Spezies, die die vorzeitige Zersetzung anderer Verbindungen im Gemisch einleiten kann. Deshalb wird bei der Herstellung dieses Gemischs Diphenylamin verwendet.



Art.-Nr.

31907

Einheiten

Kit



GC-MS Tuning-Gemisch

1000 µg/mL, Methylenchlorid, 1 mL/Ampulle

Art.-Nr.	Enthält	Einheiten
31615	Benzidin (92-87-5)	1
	4,4'-DDT (50-29-3)	
	DFTPP (Decafluortriphenylphosphin) (5074-71-5)	
	Pentachlorphenol (87-86-5)	

Säuresurrogatgemisch (4/89 SOW)

2000 µg/mL, Methanol, 1 mL/Ampulle

Art.-Nr.	Enthält	Einheiten
31025	2-Fluorphenol (367-12-4)	1
	Phenol-d6 (13127-88-3)	
	2,4,6-Tribromphenol (118-79-6)	

Basenneutrales Surrogatgemisch (4/89 SOW)

1000 µg/mL, Methylenchlorid, 1 mL/Ampulle

Art.-Nr.	Enthält	Einheiten
31024	2-Fluorbiphenyl (321-60-8)	1
	Nitrobenzol-d5 (4165-60-0)	
	p-Terphenyl-d14 (1718-51-0)	

Überarbeitetes Gemisch interner Standards für halbflüchtige Verbindungen

4000 µg/mL, Methylenchlorid, 1 mL/Ampulle

Art.-Nr.	Enthält	Einheiten
31886	Acenaphthen-d10 (15067-26-2)	1
	Naphthalin-d8 (1146-65-2)	
	Chrysen-d12 (1719-03-5)	
	Perylen-d12 (1520-96-3)	
	Phenanthren-d10 (1517-22-2)	
	1,4-Dichlorbenzol-d4 (3855-82-1)	
	1,4-Dioxan-d8 (17647-74-4)	



Restek Patente und Marken sind Eigentum der Restek Corporation. (Eine vollständige Liste finden Sie unter www.restek.com/Patents-Trademarks.) Andere Marken in der Literatur oder auf der Website von Restek sind Eigentum ihrer jeweiligen Inhaber. Eingetragene Marken von Restek sind in den USA und möglicherweise auch in anderen Ländern registriert.

© 2026 Restek Corporation. Alle Rechte vorbehalten.

www.restek.com



Lit. Cat.# EVAN4920-DE