

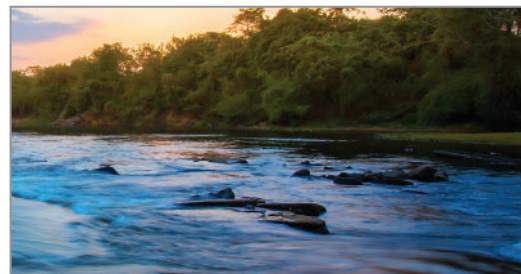
Metodo GC-MS/MS completo per i semivolatili in tracce

Preserva la qualità dei dati riducendo i limiti di rilevazione con una colonna RMX-5Sil MS

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

Punti chiave

- La deattivazione TriMax di nuova generazione crea un percorso di flusso del campione robusto ed eccezionalmente neutro.
- La massima inerzia migliora la forma dei picchi per un'ampia gamma di semivolatili, consentendo intervalli di calibrazione più bassi e una sensibilità a livello di picogrammo.
- Le ottime prestazioni della colonna supportano elenchi di analiti più ampi e la riduzione dei volumi di estrazione del campione.



Abstract

Il presente studio esamina l'impatto di una rivoluzionaria tecnologia di deattivazione TriMax sull'analisi GC-MS/MS dei composti semivolatili. Le prestazioni di quattro colonne analitiche comunemente utilizzate sono state confrontate mediante test di asimmetria dei picchi, linearità di calibrazione, recupero e ripetibilità, su un'ampia gamma di composti chimici. I risultati mostrano che, contrariamente ad altre colonne che soddisfano i criteri solo per specifiche classi di composti, le colonne RMX-5Sil MS, realizzate con una nuova tecnologia di deattivazione TriMax, presentano una superficie significativamente più inerte, che soddisfa i criteri di prestazione per semivolatili acidi, basici e neutri. Le prestazioni competitive su un'ampia gamma di semivolatili a bassi livelli consentono ai laboratori di ottimizzare le operazioni attraverso protocolli di estrazione del campione ridotti o il consolidamento dei metodi. La tecnologia di deattivazione TriMax utilizzata nelle colonne RMX-5Sil MS ha consentito di superare i problemi di attività che, come è stato dimostrato, influiscono sulle prestazioni quantitative complessive delle colonne della concorrenza.

Prodotti correlati

- Colonna RMX-5Sil MS da 30 m, ID 0,25 mm, 0,25 μ m (n° cat. 17323)
- Liner per iniettore Precision Topaz, 4 mm, con lana (n° cat. 23267)
- Leak detector elettronico Restek (n° cat. 28500)
- SVOC MegaMix 150 (n° cat. 31907)
- Miscela di tuning GC-MS (n° cat. 31615)
- Miscela di surrogato acido (SOW 4/89) (n° cat. 31025)
- Miscela di surrogato neutro di base (SOW 4/89) (n° cat. 31024)
- Miscela di standard interno SV rivista (n° cat. 31886)

Introduzione

I composti organici semivolatili (SVOC) presenti nell'ambiente sono monitorati su scala globale a causa della loro diffusione e dei rischi che rappresentano per la salute umana. I metodi GC-MS e GC-MS/MS sono approcci comunemente utilizzati per l'analisi dei semivolatili nei campioni ambientali e, grazie alla maggiore sensibilità della rivelazione MS/MS, i laboratori possono raggiungere limiti di rilevabilità più bassi e ottenere risparmi di solvente e di tempo riducendo i volumi di estrazione del campione. I metodi di estrazione a volume ridotto sono generalmente più semplici e utilizzano meno solvente (per esempio diclorometano) rispetto ai metodi di estrazione standard. Tuttavia, gli estratti risultano meno concentrati, fattore che sta favorendo l'adozione della GC-MS/MS nei laboratori che mirano a ridurre il consumo di solvente mantenendo al contempo le prestazioni del metodo.

I semivolatili comprendono un'ampia gamma di composti chimici, alcuni dei quali sono noti per interagire con siti attivi (per esempio i silanoli) lungo il percorso di flusso del campione, rendendo difficile una rilevazione affidabile a bassi livelli. Per far fronte a queste interazioni critiche, i laboratori possono ricorrere a diverse colonne GC in funzione degli analiti target. Le colonne di tipo "5" o "5sil" a media polarità sono quelle più diffuse. Tuttavia, man mano che i laboratori cercano di abbassare i limiti di rilevazione e potenziare la sensibilità delle colonne, diventano più evidenti gli svantaggi dei diversi processi di produzione impiegati per ogni colonna di "tipo 5". Mentre i composti neutri non sono tipicamente influenzati dai siti attivi rimasti sulla superficie della colonna GC, i composti acidi e basici possono essere sensibili anche alle più lievi differenze superficiali. Con l'inclusione di composti basici (benzidina) e acidi (pentaclorofenolo) nelle verifiche di idoneità del sistema, insieme alla richiesta di curve di calibrazione sempre più sensibili, i siti attivi sulla superficie delle colonne GC sono sottoposti a un'attenzione sempre maggiore. Le colonne GC caratterizzate da una deattivazione altamente efficace sono particolarmente richieste perché, garantendo migliori prestazioni per semivolatili acidi, basici e neutri, consentono ai laboratori di aumentare produttività e redditività grazie a un minore consumo di solvente, a migliori prestazioni strumentali e maggiori opportunità di consolidamento dei metodi.

Nel presente studio sono state confrontate le prestazioni di diverse colonne GC comunemente impiegate per l'analisi dei semivolatili con le prestazioni delle colonne RMX-5Sil MS. Le colonne RMX-5Sil MS sono sottoposte a un'esclusiva deattivazione della superficie che incorpora la tecnologia TriMax, in grado di generare una deposizione polimerica robusta, eliminare i siti attivi e creare un percorso di flusso del campione eccezionalmente inerte. La colonna RMX-5Sil MS utilizza un polimero 5sil tradizionale, risultando quindi un sostituto diretto delle colonne 5sil, mentre la superficie altamente neutra migliora la forma dei picchi e le prestazioni per un'ampia varietà di composti, permettendo di abbassare i livelli delle curve di calibrazione pur continuando a soddisfare i requisiti di qualità dei dati.

Studio sperimentale

Preparazione degli standard e dei campioni

Gli standard di calibrazione contenenti semivolatili acidi, basici e neutri sono stati preparati in diclorometano in un intervallo di concentrazione compreso tra 0,5 e 5000 ppb, al fine di determinare il più basso intervallo di calibrazione lineare per ciascun analita. Per ogni colonna sono stati preparati standard di calibrazione freschi. Sono stati inoltre preparati standard per le prove di recupero a concentrazione intermedia a 50 ppb.

Condizioni strumentali

I campioni sono stati analizzati utilizzando quattro tipi di colonne (RMX-5Sil MS, due colonne premium di produttori concorrenti e una colonna concorrente tradizionale) nel formato 30 m, ID 0,25 mm, 0,25 μ m. Per l'analisi dei semivolatili è stato utilizzato un GC Thermo TRACE 1310 accoppiato a uno spettrometro di massa TSQ 8000, alle condizioni riportate di seguito. Le condizioni impiegate sono state semplificate per consentire la standardizzazione e un confronto diretto tra le colonne testate. Nelle applicazioni di routine possono essere impiegate impostazioni diverse dell'iniettore, del forno o del detector per migliorare ulteriormente i risultati cromatografici. Condizioni ottimizzate sono presentate in uno studio separato a bassi livelli di concentrazione, che include un elenco ampliato di 150 semivolatili comunemente analizzati [1].

Volume di iniezione: 1 μ L

Liner: Liner per iniettore Precision Topaz, 4 mm, con lana (n° cat. 23267)

Porta di iniezione: 250 °C; split 5:1; 1,2 mL/min.

Carrier gas: elio

Forno: da 40 °C (mantenimento 1 min) a 280 °C a 12,4 °C/min, fino a 315 °C a 3,3 °C/min (mantenimento 1 min)

Detector: MS/MS; modalità SRM; temperatura della linea di trasferimento 280 °C; sorgente 330 °C (vedi Figura 1 per le transizioni SRM)

Valutazione della qualità dei dati

La qualità dei dati è stata valutata sulla base di asimmetria, linearità, recupero e ripetibilità; le prestazioni complessive per ciascun parametro sono state classificate secondo i criteri riportati nella Tabella I. L'asimmetria è stata valutata per ciascun composto come misura dell'inerzia. La linearità è stata valutata utilizzando sia il coefficiente R^2 sia la %RSD. La percentuale di recupero è stata determinata per ciascun analita al punto di calibrazione più basso (LCP) e a 50 ppb, utilizzato come prova di recupero a concentrazione intermedia. La ripetibilità del recupero è stata anch'essa determinata a 50 ppb.

Tabella I: Classificazioni della qualità dei dati

	Ideale	Accettabile	Scarsa
Asimmetria	0,9–1,2	0,5–0,9 o 1,2–2	2
Linearità (R^2)	>0,995	0,990–0,995	<0,990
Linearità (%RSD)	<10%	11–20%	>20%
Recupero (LCP)	70–130%	50–69% o 131–200%	<50%, >200%
Recupero (50 ppb)	70–130%	50–69% o 131–200%	<50%, >200%
Ripetibilità (%RSD a 50 ppb)	<10%	11–20%	>20%

Hai bisogno di supporto per le applicazioni o la scelta dei prodotti?

Contatta il Servizio Tecnico



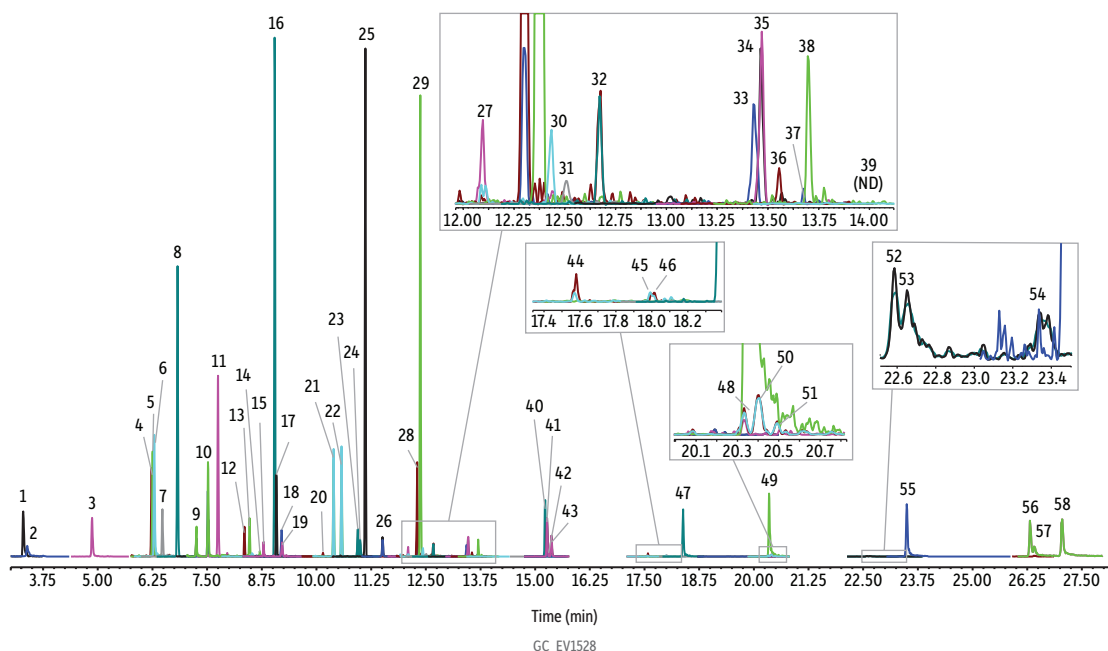
Risultati e discussione

Prestazioni cromatografiche

I silanoli rappresentano una fonte comune di siti attivi sulla superficie di silice fusa delle colonne GC; per questo motivo i produttori di colonne adottano diversi trattamenti di deattivazione per ridurne l'impatto. Tuttavia, se la deattivazione non è sufficientemente efficace, l'interazione di un analita con i silanoli può causare una ripartizione incoerente o ritardata dalla fase stazionaria, con conseguente scodamento dei picchi e ulteriori problematiche, quali variazione dei tempi di ritenzione e scarsa sensibilità. I composti acidi, in particolare i fenoli, possono essere trattenuti dai silanoli tramite legami a idrogeno, mentre i composti basici, come le benzidine, possono legarsi alla superficie attraverso interazioni acido-base. Una delle difficoltà nell'analisi dei semivolatili è che essi comprendono un'ampia varietà di classi di composti che interagiscono secondo meccanismi e intensità differenti; di conseguenza, la deattivazione della colonna deve essere efficace su un ampio spettro.

Per contrastare in modo più efficace l'attività dei silanoli, Restek ha sviluppato la deattivazione TriMax di nuova generazione per tutte le colonne RMX, che riduce al minimo l'attività dei silanoli superficiali grazie a una robusta interfaccia polimero-silice fusa, impedendo le interazioni analita-silanolo. Come mostrato in Figura 1, ciò si traduce in eccellenti prestazioni cromatografiche e in picchi netti e simmetrici per un'ampia gamma di semivolatili, inclusi composti notoriamente problematici come il 2,4-dinitrofenolo (2,4-DNP), il pentaclorofenolo e la benzidina.

Figura 1: Nelle condizioni standardizzate utilizzate per l'analisi comparativa, sulla colonna RMX-5Sil MS è stata ottenuta un'eccellente forma dei picchi per un'ampia gamma di semivolatili. (Per le condizioni ottimizzate consultare il nostro metodo a bassi livelli per 150 semivolatili [1]).



Column RMX-5Sil MS, 30 m, 0.25 mm ID, 0.25 µm (cat.# 17323)
Standard/Sample 8270 Calibration mix #1 (cat.# 31618)
8270 Calibration mix #2 (cat.# 31619)
8270 Calibration mix #5 (cat.# 31995)
Base neutral surrogate mix (4/89 SOW) (cat.# 31024)
Acid surrogate mix (4/89 SOW) (cat.# 31025)
Revised SV internal standard mix (cat.# 31886)
Diluent: Dichloromethane
Conc.: 50 ppb (100 ppb internal standards)
Injection 1 µL split (split ratio 5:1)
Inj. Vol.: Topaz 4.0 mm ID Precision liner w/wool (cat.# 23267)
Liner: 250 °C
Inj. Temp.: 6 mL/min
Split Vent Flow Rate:

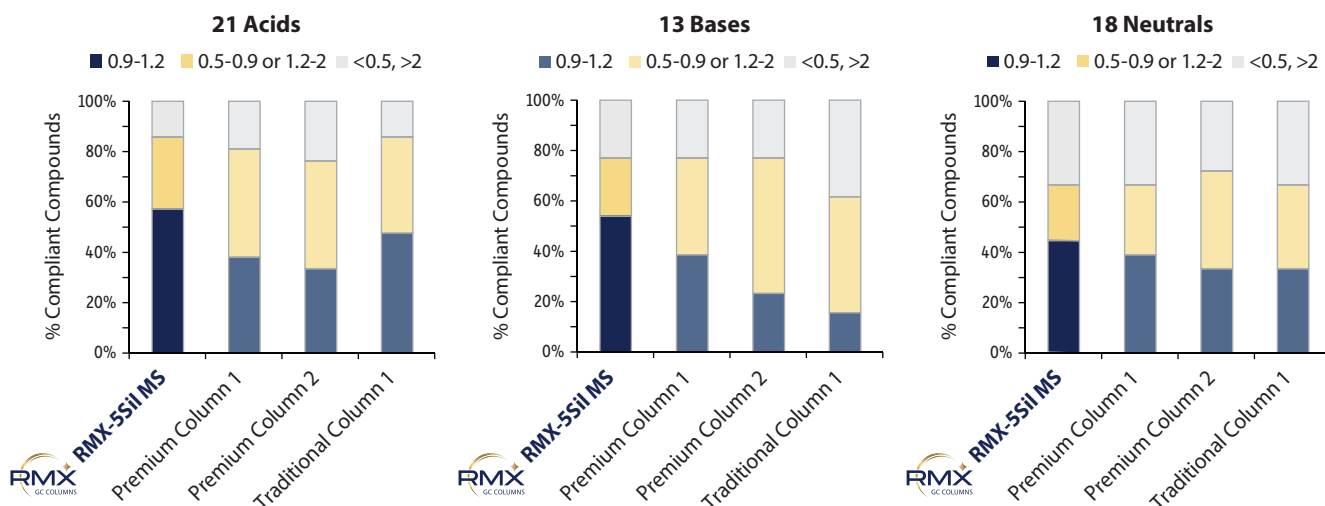
Oven
Oven Temp.: 40 °C (hold 1 min) to 280 °C at 12.4 °C/min to 315 °C at 3.3 °C/min (hold 1 min)
Carrier Gas He, constant flow
Flow Rate: 1.2 mL/min @ 40 °C
Detector SRM/MRM
Acquisition Type: SRM/MRM
Source Temp.: 330 °C
Transfer Line Temp.: 280 °C
Analyzer Type: Triple Quadrupole
Ionization Mode: EI
Collision Gas: Ar
Tune Type: PFTBA
Tune Emission Current: 70 µA
Instrument Thermo Scientific TSQ 8000 Triple Quadrupole GC-MS
Sample Preparation Standards were combined and diluted to a concentration of 50 ppb with internal standards added at 100 ppb.

Figura 1: (continua)

Peaks	ts (min)	Conc. (ng/mL)	Mass 1	Product 1	Collision energy 1	Mass 2	Product 2	Collision energy 2
1. N-Nitrosodimethylamine	3.55	50	74	44	6	74	42	16
2. Pyridine	3.59	50	79	51	26	52	26	18
3. 2-Fluorophenol	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. Aniline	6.45	50	93	66	10	93	65	20
7. 2-Chlorophenol	6.62	50	128	64	14	128	63	24
8. 1,4-Dichlorobenzene-d4	6.96	100	150	115	14	150	78	26
9. 2-Methylphenol	7.38	50	108	80	8	108	77	24
10. 3- and 4-Methylphenol	7.66	50	70	43	6	107	77	14
11. Nitrobenzene-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. Benzoic acid	8.72	50	122	105	8	122	77	20
15. 2,4-Dichlorophenol	8.95	50	162	63	24	162	98	12
16. Naphthalene-d8	9.18	100	136	134	14	136	108	18
17. Naphthalene	9.23	50	128	102	16	129	103	14
18. 4-Chloroaniline	9.35	50	127	100	10	127	65	20
19. 2,6-Dichlorophenol	9.37	50	162	63	24	164	63	26
20. 4-Chloro-3-methylphenol	10.28	50	142	107	12	107	77	12
21. 2-Methylnaphthalene	10.53	50	141	115	16	141	89	30
22. 1-Methylnaphthalene	10.71	50	141	115	16	141	89	30
23. 2,4,6-Trichlorophenol	11.09	50	132	97	10	196	97	24
24. 2,4,5-Trichlorophenol	11.09	50	132	97	10	196	97	24
25. 2-Fluorobiphenyl	11.26	50	172	171	12	172	170	22
26. o-Nitroaniline	11.66	50	138	92	12	138	65	22
27. Acenaphthylene	12.24	50	152	102	26	152	76	36
28. 3-Nitroaniline	12.49	50	138	92	12	138	65	20
29. Acenaphthene-d10	12.53	100	162	160	18	164	162	14
30. Acenaphthene	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-Tetrachlorophenol	13.21	50	232	168	12	234	131	24
34. 4-Nitroaniline	13.60	50	138	108	8	138	80	18
35. Fluorene	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. Diphenylamine	13.88	50	169	66	22	170	66	22
38. 2,4,6-Tribromophenol	14.10	50	330	141	36	332	143	34
39. Pentachlorophenol	15.04	50	228	165	14	270	169	22
40. Phenanthrene-d10	15.40	100	188	160	20	184	156	22
41. Phenanthrene	15.46	50	178	152	18	178	151	32
42. Dinoseb	15.49	50	163	116	14	240	211	8
43. Anthracene	15.54	50	178	152	18	177	151	18
44. Fluoranthene	17.78	50	202	176	26	202	152	30
45. Benzidine	18.05	50	184	156	18	184	166	16
46. Pyrene	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'-Dichlorobenzidine	20.53	50	252	154	26	252	181	22
49. Chrysene-d12	20.55	100	240	238	14	240	236	30
50. Benz[a]anthracene	20.63	50	228	202	22	226	200	28
51. Chrysene	20.63	50	228	202	22	228	201	36
52. Benzo[b]fluoranthene	22.90	50	252	226	22	250	224	24
53. Benzo[k]fluoranthene	22.91	50	252	226	22	250	224	24
54. Benzo[a]pyrene	23.66	50	252	226	22	250	224	26
55. Perylene-d12	23.81	100	264	262	20	264	260	34
56. Indeno[1,2,3-cd]pyrene	26.74	50	276	274	38	276	250	30
57. Dibenzo[a,h]anthracene	26.80	50	139	126	8	139	113	14
58. Benzo[ghi]perylene	27.47	50	276	274	38	138	125	12

Per confrontare l'inerzia delle colonne RMX-5Sil MS con quella di altre colonne comunemente utilizzate per l'analisi dei semivolatili, è stata valutata l'asimmetria dei picchi in condizioni standardizzate a 50 ppb. Questo livello di concentrazione è stato scelto per consentire la valutazione dell'asimmetria a un punto intermedio della calibrazione. La valutazione a un livello intermedio compensa le forme di picco con coda pronunciata che, a basse concentrazioni, potrebbero confondersi con la linea di base. La Figura 2 dimostra che, per i semivolatili acidi, basici e neutri, sulla colonna RMX-5Sil MS sono stati ottenuti risultati ideali per un numero maggiore di composti rispetto a qualsiasi altra colonna testata. La differenza è risultata particolarmente evidente nel caso dei composti acidi e basici, consentendo un'identificazione e una quantificazione più accurate di una gamma più ampia di semivolatili in un'unica analisi, offrendo così ai laboratori opportunità di consolidamento dei metodi.

Figura 2: Una valutazione dell'asimmetria mostra che le colonne RMX-5Sil MS, caratterizzate da un'inerzia eccezionale, producono risultati ideali in termini di forma dei picchi per un numero maggiore di semivolatili acidi, basici e neutri rispetto alle altre colonne analitiche.



Oltre a un miglioramento generale dell'asimmetria dei picchi, sono stati osservati segnali di picco migliori a livelli di concentrazione molto bassi per una serie di semivolatili noti per essere particolarmente problematici (Figura 3). Sulla colonna RMX-5Sil MS sono stati ottenuti buoni segnali, che consentono una facile integrazione software, per piridina, benzidina, acido benzoico, 2,4-dinitrofenolo e pentaclorofenolo, mentre le colonne concorrenti hanno mostrato prestazioni simili per alcuni composti ma prestazioni significativamente compromesse per altri. Le differenze visive tra le forme dei picchi illustrano come l'inerzia della deattivazione TriMax RMX sia più ampiamente efficace rispetto alle deattivazioni tradizionali utilizzate in altre colonne.

Vuoi personalizzare un metodo?

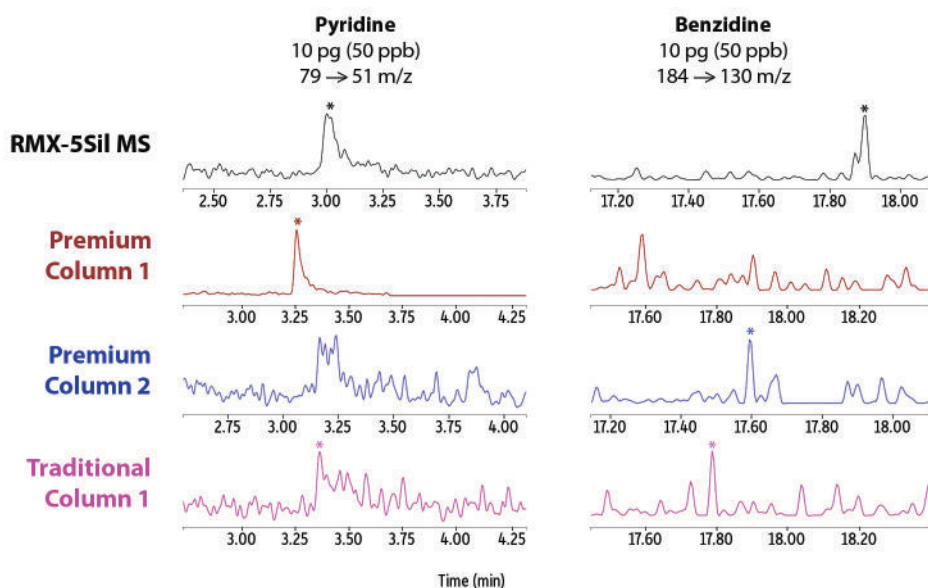
Inserisci i tuoi analiti target nel software gratuito Pro EZGC chromatogram modeler di Restek e genera istantaneamente condizioni di metodo ottimizzate per il tuo elenco specifico di composti.

Provalo subito!

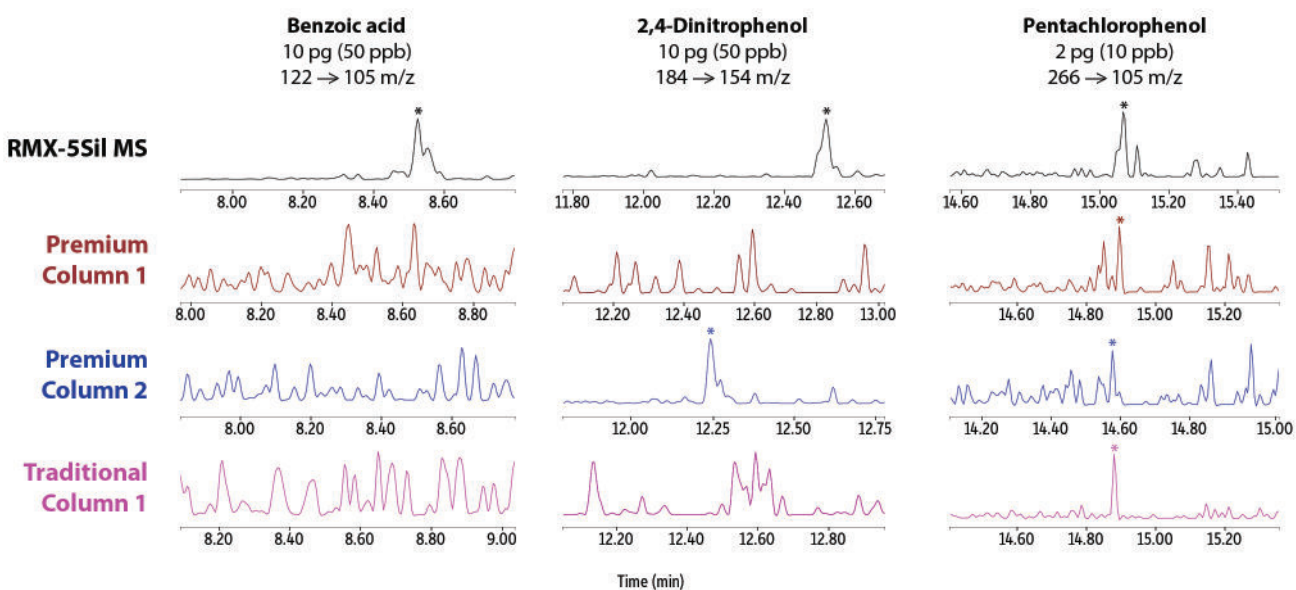


Figura 3: Le colonne RMX-5Sil MS, estremamente inerti, hanno prodotto in modo costante buoni segnali di picco al punto di calibrazione più basso (pg on-column) per un'ampia gamma di analiti attivi notoriamente problematici.

Composti Basici



Composti Acidi



Linearità

Una migliore simmetria dei picchi facilita l'integrazione e aumenta il conseguente rapporto segnale/rumore, consentendo calibrazioni lineari a livelli di concentrazione più bassi. Gli intervalli di calibrazione lineare per ciascun semivolatile sono stati stabiliti sulla colonna RMX-5Sil MS e sono risultati variabili in funzione dell'analita (Tabella II). Il numero di punti di calibrazione variava da 5 a 11, mentre il livello di calibrazione più basso era compreso tra 0,5 e 100 ppb (0,1-20 pg on-column). Poiché la linearità della calibrazione è sensibile all'integrazione dei picchi, le impostazioni di integrazione sono state mantenute costanti in ciascuna colonna. Quando i picchi si avvicinano alla linea di base o presentano uno scodamento eccessivo, è necessario provvedere all'integrazione manuale, con conseguente aumento del tempo di analisi per campione. Pur potendo applicare altri modelli di calibrazione, come le curve lineari pesate o le curve quadratiche, la calibrazione lineare rimane la soluzione ideale. Utilizzando un modello lineare per ciascun analita, il ruolo dell'integrazione dei picchi diventa ancora più critico. È comunque opportuno sottolineare che il punto di calibrazione lineare più basso non è necessariamente rappresentativo del limite di rilevazione più basso.

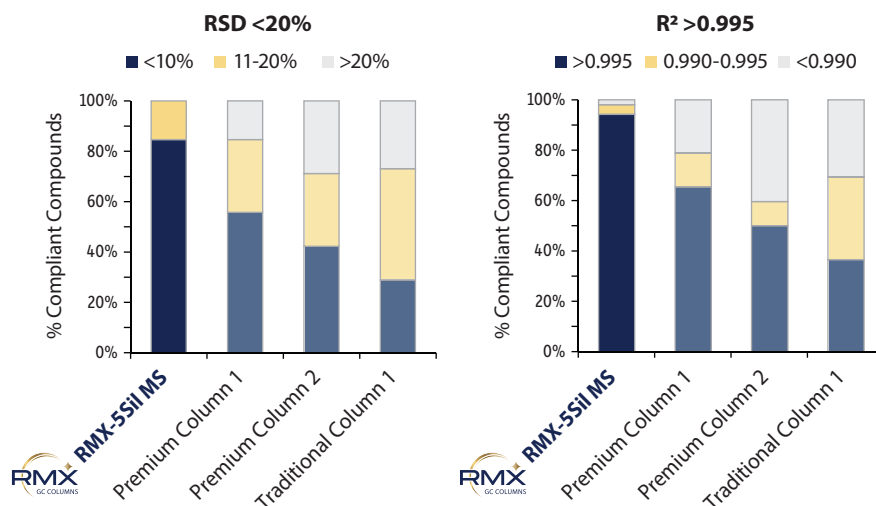
Tabella II: Intervallo di calibrazione e numero di punti di calibrazione per ciascun composto semivolatile

Name	Min (ppb)	Max (ppb)	#Points
N-Nitrosodimethylamine	2	1000	8
Pyridine	50	2000	6
2-Fluorophenol	0.5	20	6
Phenol-d6	2	200	6
Phenol	2	200	5
Aniline	2	200	6
2-Chlorophenol	0.5	200	7
2-Methylphenol	5	200	6
3- and 4-Methylphenol	2	1000	8
Nitrobenzene-d5	5	1000	6
2-Nitrophenol	5	200	5
2,4-Dimethylphenol	2	200	6
Benzoic acid	100	2000	5
2,4-Dichlorophenol	2	2000	9
Naphthalene	1	50	5
2,6-Dichlorophenol	1	100	5
4-Chloroaniline	2	200	6
4-Chloro-3-methylphenol	5	2000	8
2-Methylnaphthalene	1	2000	10
1-Methylnaphthalene	1	2000	10
2,4,6-Trichlorophenol	5	1000	7
2,4,5-Trichlorophenol	10	2000	8
2-Fluorobiphenyl	0.5	2000	11
o-Nitroaniline	1	100	6

Name	Min (ppb)	Max (ppb)	#Points
Acenaphthylene	5	200	5
3-Nitroaniline	2	100	6
Acenaphthene	5	2000	7
2,4-Dinitrophenol	50	2000	6
4-Nitrophenol	5	2000	8
2,3,4,6-Tetrachlorophenol	10	2000	7
Fluorene	5	2000	9
4-Nitroaniline	2	200	6
4,6-Dinitro-2-methylphenol	5	100	5
Diphenylamine	5	200	5
2,4,6-Tribromophenol	20	2000	7
Pentachlorophenol	10	1000	6
Phenanthrene	1	200	7
Dinoseb	10	200	5
Anthracene	5	200	6
Fluoranthene	10	200	5
Benzidine	50	2000	5
Pyrene	5	100	5
p-Terphenyl-d14	1	200	7
3,3'-Dichlorobenzidine	20	200	5
Benz[a]anthracene	20	500	5
Chrysene	10	1000	5
Benzo[b]fluoranthene	20	1000	5

Dopo aver stabilito le curve di calibrazione lineare sulla colonna RMX-5Sil MS, sono state eseguite curve di calibrazione nuove su ciascuna colonna utilizzando lo stesso intervallo di calibrazione e le medesime impostazioni di integrazione. L'adattamento lineare di ciascuna curva di calibrazione è stato confrontato utilizzando il coefficiente R^2 (non pesato) e la %RSD del fattore di risposta. In base a quanto emerso, la colonna RMX-5Sil MS ha prodotto risultati conformi al metodo per un numero maggiore di composti rispetto alle altre colonne (Figura 4). I valori superiori di R^2 e %RSD ottenuti con la colonna RMX-5Sil MS dimostrano una migliore linearità complessiva delle curve di calibrazione, con un conseguente miglioramento della precisione e dell'accuratezza quantitative.

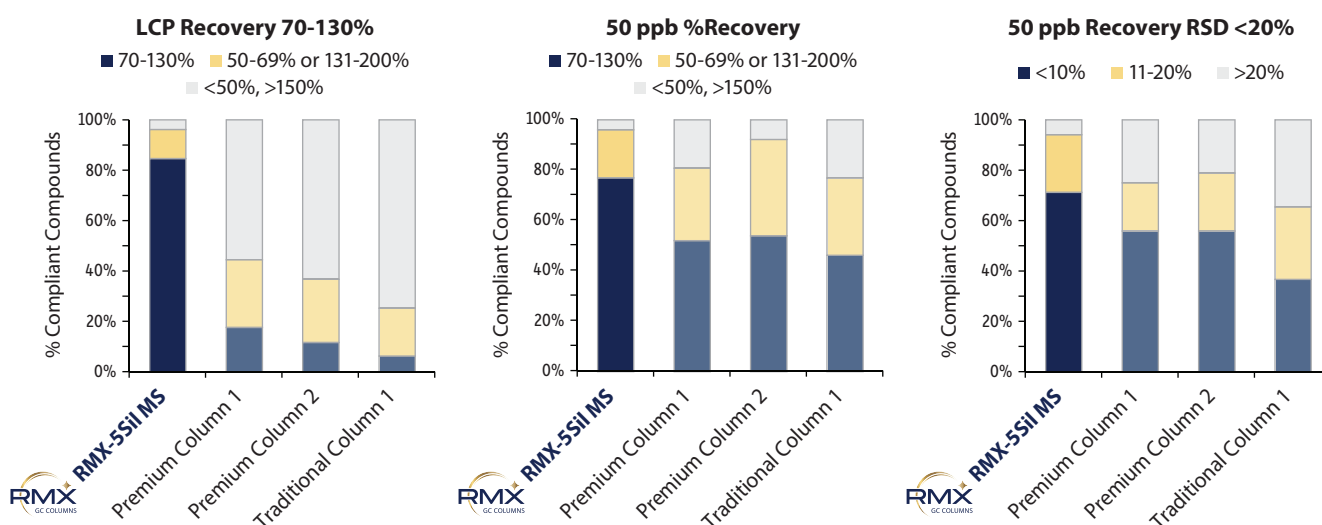
Figura 4: Un numero maggiore di composti semivolatili soddisfa gli obiettivi di qualità dei dati ($R^2 > 0,995$ e $\%RSD < 10\%$) sulle colonne RMX-5Sil MS rispetto alle altre colonne, dimostrando una linearità di calibrazione superiore.



Recupero

Il recupero è stato determinato sia al punto di calibrazione più basso sia al livello intermedio di 50 ppb per valutare l'impatto della scelta della colonna. La ripetibilità dei risultati di recupero è stata valutata al livello intermedio di 50 ppb, poiché più rappresentativo delle prestazioni della colonna rispetto al punto di calibrazione più basso (LCP), dove la forma del picco è maggiormente influenzata dal rumore di fondo dello strumento. Come mostrato in Figura 5, i recuperi in corrispondenza del LCP sono risultati sostanzialmente migliori sulla colonna RMX-5Sil MS rispetto alle altre colonne testate, il che può essere attribuito a una deattivazione più efficace che migliora la risposta del picco e l'integrazione a livello di tracce. Sebbene i recuperi al livello intermedio di 50 ppb siano risultati abbastanza simili per tutte le colonne, i risultati di recupero sono stati molto più riproducibili sulla colonna RMX-5Sil MS. La ripetibilità dipende dal rapporto tra la forma del picco e l'algoritmo di integrazione, e anche piccole differenze nella forma del picco possono influenzare l'integrazione. I risultati altamente coerenti ottenuti con la colonna RMX-5Sil MS dimostrano che la deattivazione TriMax riduce al minimo l'attività superficiale che contribuisce alla variabilità tra le iniezioni.

Figura 5: La colonna RMX-5Sil MS è quella per la quale il maggior numero di composti raggiunge un recupero compreso tra 70–130% sia al punto di calibrazione più basso (LCP) sia a 50 ppb. Inoltre mostra un'elevata riproducibilità ed è la colonna con il maggior numero di composti che raggiunge una $\%RSD < 10\%$ a 50 ppb.



Conclusioni

Sebbene le colonne di tipo 5 e 5sil presentino una selettività adeguata per l'analisi dei semivolatili e siano ampiamente utilizzate in tutto il mondo, le deattivazioni tradizionali non risultano completamente efficaci nel bloccare i siti attivi. Di conseguenza, i laboratori incontrano difficoltà nell'analisi dei composti più reattivi, in particolare a livello di tracce. La produttività può inoltre risentirne quando sono necessarie più colonne per differenti gruppi di analiti o quando iniziano a non essere soddisfatti i criteri di qualità. Sulla base dello studio comparativo presentato, la deattivazione TriMax di nuova concezione utilizzata nelle colonne RMX-5Sil MS ha prodotto una superficie della colonna significativamente più inerte, garantendo prestazioni superiori per diverse classi di composti. Di conseguenza, utilizzando le colonne RMX-5Sil MS, gli obiettivi di qualità dei dati sono stati soddisfatti per un numero maggiore di semivolatili rispetto ad altre colonne analitiche. Queste prestazioni migliorate su un'ampia gamma di composti acidi, basici e neutri offrono ai laboratori maggiori opportunità di beneficiare di un ridotto consumo di solvente e del consolidamento dei metodi rispetto alle tradizionali colonne di tipo 5.

Bibliografia

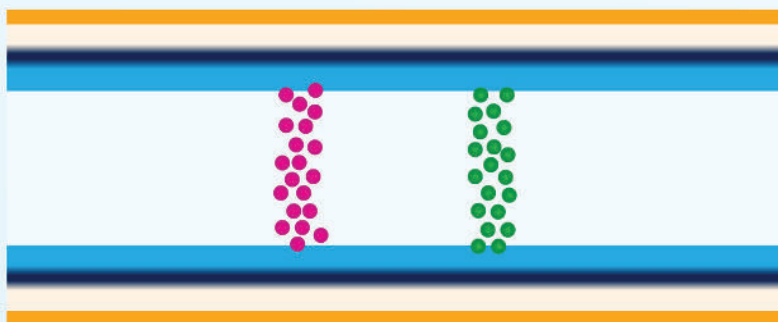
1. E. Pack, C. English, R. Dhandapani, and C. Myers, Increase lab efficiency with a consolidated trace-level semivolatiles method, Featured application note, EVFA5253, Restek Corporation, 2025.

Cosa Rende Migliori le Colonne GC RMX?

La deattivazione altamente efficace TriMax protegge gli analiti dalle interazioni superficiali, migliorando la forma del picco e la sensibilità per un'ampia gamma di composti chimici.



Deattivazione TriMax

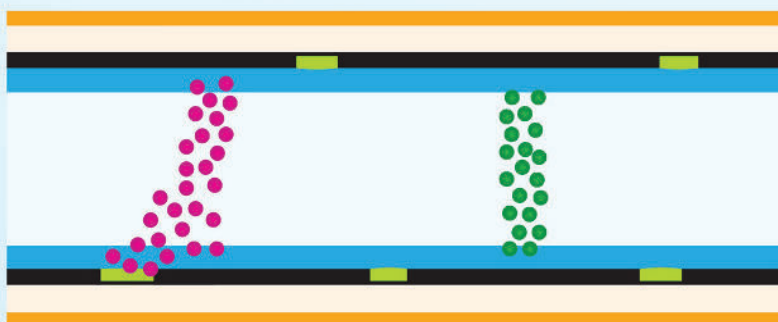


Inattivi



Attivi

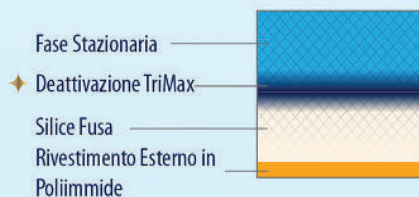
Deattivazione Non-TriMax



Inattivi



Attivi



- Composti Inattivi: *alcani, alcheni, alchini, ecc.*
- Composti Attivi: *acidi, basi, alcoli, esteri, eteri, ecc.*
- Siti attivi residui

Scopri di più sulle
colonne RMX oggi stesso!



Prodotti utilizzati



Colonna capillare GC RMX-5Sil MS

N° catalogo	Nome prodotto	Unità
17323	Colonna capillare GC RMX-5Sil MS, 30°m, ID 0,25°mm, 0,25 µm	cad.



Liner per iniettore Precision Topaz

N° catalogo	Nome prodotto	Unità
23267	Liner per iniettore Precision Topaz, 4,0 mm x 6,3 x 78,5, per GC Thermo TRACE 1300/1310, 1600/1610 con iniettori SSL, deattivazione premium	5 pz.



Leak Detector Elettronico Restek

N° catalogo	Nome prodotto	Unità
28500	Leak Detector Elettronico Restek (comprende: custodia, adattatore di alimentazione CA universale [USA, Regno Unito, Europa, Australia, Giappone], cavo di ricarica USB di circa 2 metri)	cad.

Hai bisogno di assistenza per preventivi, acquisti e altro?
Contattaci!



Kit SVOC MegaMix 150, 1 mL/ampolla; 6 ampolle/kit

Contiene un'ampolla di ciascuno dei seguenti composti.

N° cat. 31850: MegaMix 8270

1000 µg/mL di ogni composto in diclorometano
(3-metilfenolo e 4-metilfenolo a 500 µg/mL), 1 mL/ampolla

Acenaphthene (83-32-9)
Acenaphthylene (208-96-8)
Aniline (62-53-3)
Anthracene (120-12-7)
Azobenzene (103-33-3)*
Benz[a]anthracene (56-55-3)
Benzo[a]pyrene (50-32-8)
Benzo[b]fluoranthene (205-99-2)
Benzo[g,h,i]perylene (191-24-2)
Benzo[k]fluoranthene (207-08-9)
Benzyl alcohol (100-51-6)
Benzyl butyl phthalate (85-68-7)
Bis(2-chloroethoxy)methane (111-91-1)
Bis(2-chloroethyl)ether (111-44-4)
Bis(2-ethylhexyl)adipate (103-23-1)
Bis(2-ethylhexyl)phthalate (117-81-7)
4-Bromophenyl phenyl ether (101-55-3)
Carbazole (86-74-8)
4-Chloroaniline (106-47-8)
4-Chloro-3-methylphenol (59-50-7)
2-Chloronaphthalene (91-58-7)
2-Chlorophenol (95-57-8)
4-Chlorophenyl phenyl ether (7005-72-3)
Chrysene (218-01-9)
Dibenz[a,h]anthracene (53-70-3)
Dibenzofuran (132-64-9)
1,2-Dichlorobenzene (95-50-1)
1,3-Dichlorobenzene (541-73-1)
1,4-Dichlorobenzene (106-46-7)
2,4-Dichlorophenol (120-83-2)
Diethylphthalate (84-66-2)
2,4-Dimethylphenol (105-67-9)
Dimethylphthalate (131-11-3)
Di-n-butyl phthalate (84-74-2)
1,2-Dinitrobenzene (528-29-0)
1,3-Dinitrobenzene (99-65-0)
1,4-Dinitrobenzene (100-25-4)
4,6-Dinitro-2-methylphenol (Dinitro-o-cresol) (534-52-1)
2,4-Dinitrophenol (51-28-5)
2,4-Dinitrotoluene (121-14-2)
2,6-Dinitrotoluene (606-20-2)
Di-n-octyl phthalate (117-84-0)
Diphenylamine (122-39-4)†
Fluoranthene (206-44-0)
Fluorene (86-73-7)
Hexachlorobenzene (118-74-1)
Hexachlorobutadiene (87-68-3)
Hexachlorocyclopentadiene (77-47-4)
Hexachloroethane (67-72-1)
Indeno[1,2,3-cd]pyrene (193-39-5)
Isophorone (78-59-1)
1-Methylnaphthalene (90-12-0)
2-Methylnaphthalene (91-57-6)
2-Methylphenol (o-cresol) (95-48-7)
3-Methylphenol (m-cresol) (108-39-4)
4-Methylphenol (p-cresol) (106-44-5)
Naphthalene (91-20-3)
2-Nitroaniline (88-74-4)
3-Nitroaniline (99-09-2)

4-Nitroaniline (100-01-6)
Nitrobenzene (98-95-3)
2-Nitrophenol (88-75-5)
4-Nitrophenol (100-02-7)
N-Nitrosodimethylamine (62-75-9)
N-Nitroso-di-n-propylamine (621-64-7)
2,2'-Oxybis(1-chloropropane) (108-60-1)
Pentachlorophenol (87-86-5)
Phenanthrene (85-01-8)
Phenol (108-95-2)
Pyrene (129-00-0)
Pyridine (110-86-1)
2,3,4,6-Tetrachlorophenol (58-90-2)
2,3,5,6-Tetrachlorophenol (935-95-5)
1,2,4-Trichlorobenzene (120-82-1)
2,4,5-Trichlorophenol (95-95-4)
2,4,6-Trichlorophenol (88-06-2)

N° cat. 31909: SVOC aggiuntivi

1000 µg/mL di ogni composto in diclorometano,
1 mL/ampolla

Acrylamide (79-06-1)
Benzidine (92-87-5)
n-Decane (C10) (124-18-5)
Dibenz(a,h)acridine (226-36-8)
2,3-Dichloroaniline (608-27-5)
3,3'-Dichlorobenzidine (91-94-1)
Dimethoate (60-51-5)
Dinoseb (88-85-7)
Disulfoton (298-04-4)
Famphur (52-85-7)
n-Hexadecane (C16) (544-76-3)
Indene (95-13-6)
Methyl parathion (298-00-0)
6-Methylchrysene (1705-85-7)
4,4'-Methylene-bis(2-chloroaniline) (101-14-4)
n-Octadecane (C18) (593-45-3)
Parathion (ethyl parathion) (56-38-2)
Phorate (298-02-2)
Quinoline (91-22-5)
Sulfotepp (3689-24-5)
α-Terpineol (98-55-5)
o,o,o-Triethyl phosphorothioate (126-68-1)
Zalophus (thionazine) (297-97-2)

N° cat. 32459: Miscela N. 1, Appendice IX rivista

2000 µg/mL di ogni composto in diclorometano,
1 mL/ampolla

2-Acetylaminofluorene (53-96-3)
4-Aminobiphenyl (92-67-1)
p-Dimethylaminoazobenzene (60-11-7)
3,3'-Dimethylbenzidine (o-tolidine) (119-93-7)
α,α-Dimethylphenethylamine (phentermine) (122-09-8)
1-Naphthylamine (1-aminonaphthalene) (134-32-7)
2-Naphthylamine (2-aminonaphthalene) (91-59-8)
N-Nitrosodibutylamine (924-16-3)
N-Nitrosodiethylamine (55-18-5)
N-Nitrosomethylethylamine (10595-95-6)
N-Nitrosomorpholine (59-89-2)
N-Nitrosopiperidine (100-75-4)
N-Nitrosopyrrolidine (930-55-2)
5-Nitro-o-toluidine (99-55-8)
1,4-Phenylenediamine (106-50-3)
2-Picoline (109-06-8)

o-Toluidine (95-53-4)

N° cat. 32460: Metapirilene

2000 µg/mL in diclorometano, 1 mL/ampolla
Methapyrilene hydrochloride (135-23-9)

N° cat. 31806: Miscela N. 2, Appendice IX

1000 µg/mL di ogni composto in diclorometano,
1 mL/ampolla

Acetophenone (98-86-2)
Aramite (140-57-8)
Atrazine (1912-24-9)
Benzaldehyde (100-52-7)
Biphenyl (92-52-4)
ε-Caprolactam (105-60-2)
Chlorobenzilate (510-15-6)
1-Chloronaphthalene (90-13-1)
Diallate (2303-16-4)
Dibenz[a,j]acridine (224-42-0)
2,6-Dichlorophenol (87-65-0)
7,12-Dimethylbenz[a]anthracene (57-97-6)
1,4-Dioxane (123-91-1)
Diphenyl ether (101-84-8)
Ethyl methacrylate (97-63-2)
Ethyl methanesulfonate (62-50-0)
Hexachloropropene (1888-71-7)
Isodrin (465-73-6)
Isosafrole (cis & trans) (120-58-1)
Kepone (143-50-0)
3-Methylcholanthrene (56-49-5)
Methyl methanesulfonate (66-27-3)
1,4-Naphthoquinone (130-15-4)
4-Nitroquinoline-N-oxide (56-57-5)
Pentachlorobenzene (608-93-5)
Pentachloroethane (76-01-7)
Pentachloronitrobenzene (Quintozene) (82-68-8)
Phenacetin (62-44-2)
Propylamide (23950-58-5)
Safrole (94-59-7)
1,2,4,5-Tetrachlorobenzene (95-94-3)
1,3,5-Trinitrobenzene (99-35-4)

N° cat. 31879: Acido benzoico

2000 µg/mL in diclorometano, 1 mL/ampolla
Benzoic acid (65-85-0)

*La 1,2-difenilidrazina (analita 8270) si degrada in azobenzene (componente della miscela) nell'iniettore.

†La N-nitrosodifenilammina è una specie reattiva che può innescare la decomposizione prematura di altri composti presenti nella miscela. Per questi motivi, nella preparazione di questa miscela viene utilizzata la difenilammina.



N° catalogo

31907

Unità

kit



Miscela di tuning per GC/MS

1000 µg/mL, diclorometano, 1 mL/ampolla

N° catalogo	Contiene	Unità
31615	Benzidine (92-87-5)	cad.
	4,4'-DDT (50-29-3)	
	DFTPP (decafluorotriphenylphosphine) (5074-71-5)	
	Pentachlorophenol (87-86-5)	

Miscela di surrogati acidi (SOW 4/89)

2000 µg/mL, metanolo, 1 mL/ampolla

N° catalogo	Contiene	Unità
31025	2-Fluorophenol (367-12-4)	cad.
	Phenol-d6 (13127-88-3)	
	2,4,6-Tribromophenol (118-79-6)	

Miscela di surrogati neutri basici (SOW 4/89)

1000 µg/mL, diclorometano, 1 mL/ampolla

N° catalogo	Contiene	Unità
31024	2-Fluorobiphenyl (321-60-8)	cad.
	Nitrobenzene-d5 (4165-60-0)	
	p-Terphenyl-d14 (1718-51-0)	

Miscela di standard interni SV, revisionata

4000 µg/mL, diclorometano, 1 mL/ampolla

N° catalogo	Contiene	Unità
31886	Acenaphthene-d10 (15067-26-2)	cad.
	Naphthalene-d8 (1146-65-2)	
	Chrysene-d12 (1719-03-5)	
	Perylene-d12 (1520-96-3)	
	Phenanthrene-d10 (1517-22-2)	
	1,4-Dichlorobenzene-d4 (3855-82-1)	
	1,4-Dioxane-d8 (17647-74-4)	