

RMX-5Sil MS-Säule in der Spurenanalyse halbflüchtiger Verbindungen

Veröffentlicht in Zusammenarbeit mit der Shimadzu Corporation

Von Yoshiro Hiramatsu¹, Ramkumar Dhandapani²
1. Shimadzu Corporation, 2. Restek Corporation

Wichtigste Highlights

- Die neue innovative TriMax-Deaktivierung sorgt für einen außergewöhnlich inerten Probenflussweg und reduziert Wechselwirkungen mit der stationären Phase auf ein Minimum.
- Die hohe Inertheit führt zu scharfen, symmetrischen Peaks und ermöglicht instrumentelle Nachweisgrenzen (LDL) von 1 pg oder weniger für eine Vielzahl anspruchsvoller Analyten.
- Die Kalibrierung erfüllte die Datenqualitätsziele für alle halbflüchtigen Verbindungen problemlos: Der relative Standardfehler (RSE) lag durchgängig bei $\leq 20\%$, mit niedrigsten Kalibrierpunkten von 1–10 ppb; lediglich Benzoesäure erforderte einen höheren Einstiegsunkt von 50 ppb.



Verwandte Produkte

- *RMX-5Sil MS-Säule 30 m, 0.25 mm ID, 0.25 μ m (Art.-Nr. 17323)*

Zusammenfassung

Diese Application Note untersucht die Leistungsfähigkeit der RMX-5Sil MS-Säule für die GC-MS/MS-Analyse halbflüchtiger organischer Verbindungen im Spurenbereich. Für nahezu alle untersuchten Verbindungen wurden instrumentelle Nachweisgrenzen von 1 pg oder weniger erreicht. Lediglich für Benzoesäure (14,70 pg) und 2,4-Dinitrophenol (11,53 pg) lagen die Nachweisgrenzen höher.

Die Kalibrierungen zeigten über alle Verbindungen hinweg eine gute Reproduzierbarkeit. Der relative Standardfehler (%RSE) der Kalibrierkurven lag durchgängig bei $\leq 20\%$. Die linearen Bereiche erstreckten sich für die meisten Verbindungen über 1–1000 ppb bzw. 10–1000 ppb; Benzoesäure wurde im Bereich von 50–1000 ppb kalibriert.

Einführung

Umweltprüflabore analysieren halbflüchtige organische Verbindungen (SVOCs) routinemäßig mit GC-MS oder GC-MS/MS, häufig nach etablierten Verfahren wie der EPA-Methode 8270E. Zunehmend kommen dabei GC-MS/MS-Methoden zum Einsatz. Der Grund dafür ist die höhere Selektivität des Detektors, die empfindlichere Messungen ermöglicht.

Diese gesteigerte Empfindlichkeit ist insbesondere bei Probenvorbereitungstechniken wie der Mikroextraktion nach der EPA-Methode 3511 von Vorteil. Im Vergleich zu klassischen Verfahren, bei denen bis zu einem Liter Probe verarbeitet wird, lassen sich so sowohl Zeit als auch Lösemittel einsparen.

Damit das volle Potenzial der MS/MS-Empfindlichkeit ausgeschöpft werden kann, ist jedoch eine hochinerte analytische Säule entscheidend. Nur so lässt sich ein optimales Signal-Rausch-Verhältnis erzielen. Voraussetzung dafür ist eine breit wirksame Säulendeaktivierung, die für Verbindungen mit sehr unterschiedlichen chemischen Eigenschaften gleichermaßen funktioniert. Diese Analyten interagieren über verschiedene Mechanismen mit aktiven Stellen auf der Säulenoberfläche und stellen entsprechend hohe Anforderungen an die Säuleninertheit.

Die vorliegende Studie bewertet unabhängig die analytische Leistungsfähigkeit einer RMX-5Sil-MS-Säule für eine Vielzahl halbflüchtiger Verbindungen im Spurenbereich, darunter auch analytisch anspruchsvolle Substanzen. Untersucht wurden sowohl die chromatografische Performance als auch die erzielbaren Kalibrierbereiche, um die Eignung der Säule für den Nachweis im Pikogramm-Bereich zu beurteilen.

gewährleisten, die über unterschiedliche Mechanismen Wechselwirkungen mit aktiven Stellen auf der Säulenoberfläche eingehen. Diese Studie ist eine unabhängige Bewertung der analytischen Performance einer RMX-5Sil MS-Säule für eine Vielzahl halbflüchtiger Verbindungen im Spurenbereich, darunter auch Verbindungen, deren Analyse als schwierig gilt. Die chromatografische Performance und die Kalibrierbereiche wurden ausgewertet, um die Tauglichkeit der Säule für den Nachweis im Pikogramm-Bereich zu bestimmen.

Experimenteller Teil

Herstellung der Standards

Mehrkomponenten-Kalibrierstandards wurden in Methylenchlorid über einen Bereich von 1–1000 ppb (11 Messpunkte) aus handelsüblichen Referenzstandards hergestellt.

Gerät

Die Proben wurden auf einer RMX-5Sil MS-Säule (30 m, 0.25 mm ID, 0.25 µm (Art.-Nr. 17323)) analysiert. Die GC-MS/MS-Analysen halbflüchtiger Verbindungen wurden mit einem Shimadzu Nexis GC-2030 in Kombination mit einem GCMS-TQ8050 NX Triple-Quadrupol-Massenspektrometer (EI-Quelle, UFsweeper-Kollisionszelle) durchgeführt; die Versuchsbedingungen sind unten angegeben.

Tabelle I: GC-MS/MS-Methodenbedingungen für die Analyse von halbflüchtigen Verbindungen im Spurenbereich

Gaschromatograph	Shimadzu Nexis GC-2030
Säule	RMX-5Sil MS, 30 m x 0.25 mm ID x 0.25 µm (Art.-Nr. 17323)
Flow-Modus	Konstante lineare Geschwindigkeit (39.5 cm/s)
Injektormodus	Split (5:1)
Injektor Liner	3.5 mm Topaz Single Taper Inlet Liner m. Glaswolle (Art.-Nr. 23336)
Injektionsvolumen	1 µL
Injektortemperatur	275 °C
Ofenprogramm	40 °C (1.5 min) auf 280 °C mit 20 °C/min auf 320 °C mit 5 °C/min (1 min)
MS-System	Ultraschnelles Shimadzu GCMS-TQ8050 NX-Massenspektrometer mit EI-Quelle und hocheffizienter UFsweeper-Kollisionszelle
Ionisation	Elektronenstoß
Ionisationsenergie	70 eV
Emissionsstrom	60 mA
Erfassungsmodus	MRM
Kollisionsgas	Argon
Quellentemperatur	230 °C
Temperatur der GC-Schnittstelle	300 °C

Ergebnisse und Diskussion

Chromatografische Performance

Insgesamt zeigte die RMX-5Sil MS-Säule für 86 halbflüchtige Verbindungen bei 50 ppb über den gesamten chromatografischen Bereich hinweg sehr gute Peakformen und Trennleistungen. Die letzte Verbindung eluierte dabei nach knapp 21 Minuten (Abbildung 1). Zur Bewertung der Säuleninertheit wurde das Peak tailing am unteren und oberen Ende des linearen Kalibrierbereichs untersucht. Der Fokus lag dabei auf sauren und basischen Verbindungen, die aufgrund ihrer Reaktivität als besonders kritisch gelten. Wie Abbildung 2 zeigt, reduziert die inerte Säulenoberfläche Oberflächenwechselwirkungen insbesondere bei niedrigen Konzentrationen deutlich. Gleichzeitig werden symmetrische Peaks erzielt, die eine einfache und zuverlässige Integration ermöglichen – auch für analytisch schwierige Verbindungen im Spurenbereich. Darüber hinaus beeinflusst die inerte Oberfläche die Polymerselektivität nicht negativ. Dies zeigt sich in der guten Trennung eng eluierender polyzyklischer aromatischer Kohlenwasserstoffe, wie Benzo[b]fluoranthren und Benzo[k]fluoranthren, selbst bei einer Konzentration von 1 ppb.

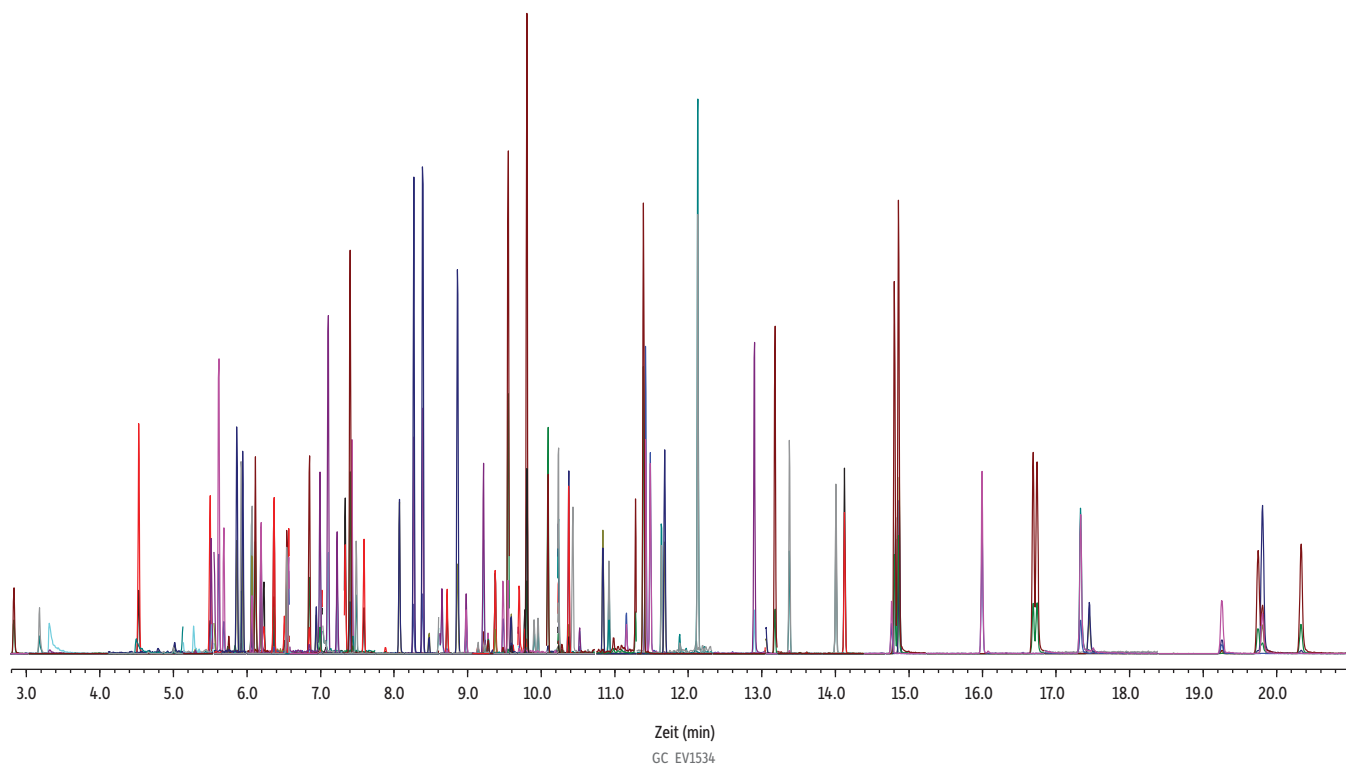
Optimierte Methodenbedingungen auf Knopfdruck?

Tragen Sie Ihre Zielanalyten in den kostenlosen EZGC Chromatogram Modeler ein und sehen Sie sofort, wie daraus eine optimierte GC-Methode entsteht – passgenau für Ihre Zielanalyten und Säulendimensionen.

Probieren Sie es jetzt aus!



Abbildung 1: GC-MS/MS-Analyse von 86 halbflüchtigen Verbindungen auf einer RMX-5Sil MS-Säule (50 ppb, TIC)



Säule	RMX-5Sil MS, 30 m, 0.25 mm ID, 0.25 µm (Art.-Nr. 17323)
Injektion	
Inj. Vol.:	1 µL Splitinjektion (Splitverhältnis 5:1)
Liner:	3.5 mm Topaz Single Taper Inlet Liner m. Glaswolle (Art.-Nr. 23336)
Inj. Temp.:	275 °C
Ofen	
Ofentemperatur:	40 °C (1.5 min) auf 280 °C mit 20 °C/min auf 320 °C mit 5 °C/min (1 min)
Trägergas	
Lineargeschwindigkeit:	He, konstanter Fluss 39.5 cm/sec bei 40 °C
Detektor	
Akquisitionstyp:	SRM/MRM
Quellentemperatur:	230 °C
Transferleitungs-Temp.:	300 °C
Analysatortyp:	Dreifach-Quadrupol
Ionisierungsmodus:	EI
Kollisionsgas:	Ar
Tuningtyp:	PFTBA
Einstellung des Emissionsstroms:	60 µA
Hinweise	Shimadzu Nexis GC-2030 mit ultraschnellem Shimadzu GCMS-TQ8050 NX Massenspektrometer mit EI-Quelle und hocheffizienter UFSweeper-Kollisionszelle
Danksagung	Shimadzu

Benötigen Sie Hilfe bei der Auswahl von Anwendungen oder Produkten?

Kontaktieren Sie uns!



Benötigen Sie Hilfe bei Angeboten, Einkauf und mehr?

Kontaktieren Sie uns!

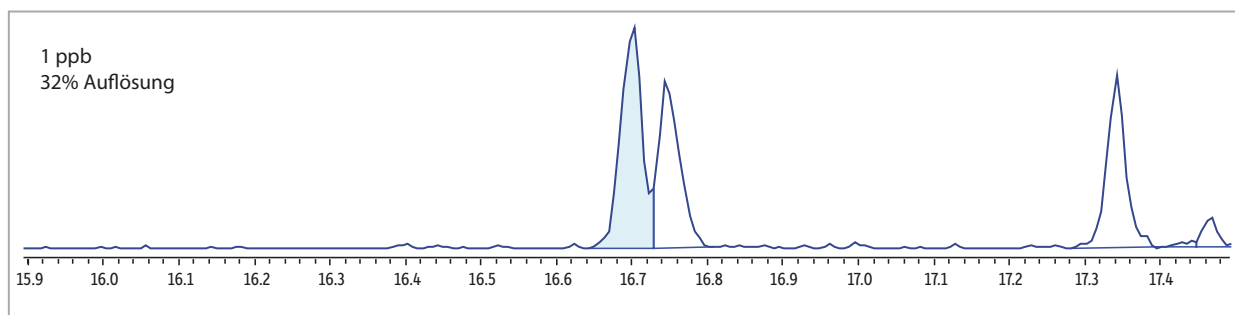


Abbildung 1: (Fortsetzung)

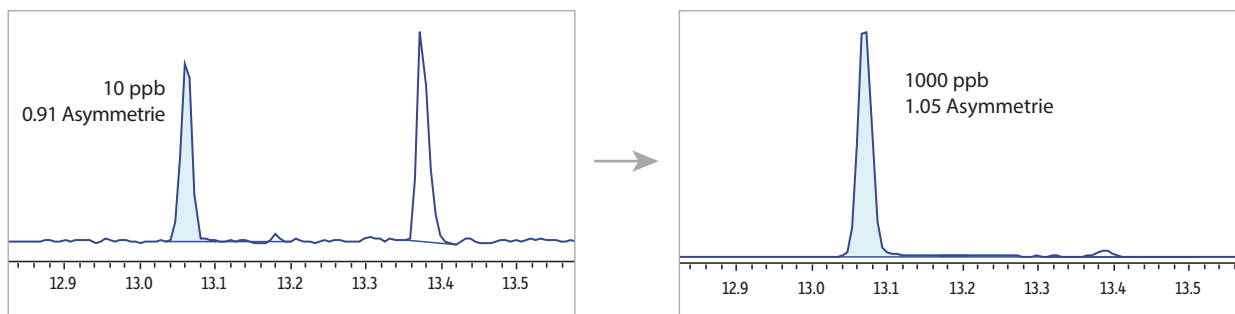
Peaks	tr (min)	Übergang 1	Kollisionsenergie	Übergang 2	Kollisionsenergie 2
1. N-Nitrosodimethylamin	3.173	74.00>44.10	6	74.00>42.10	18
2. Pyridin	3.276	79.10>50.10	21	79.10>52.10	15
3. 2-Fluorphenol	4.532	112.00>64.10	18	112.00>92.10	9
4. Phenol	5.514	94.00>66.00	9	66.00>40.00	12
5. Phenol-d5 Surr	5.5	99.00>71.10	12	99.00>69.10	27
6. Anilin	5.554	93.00>66.10	18	93.00>51.10	30
7. Bis(2-chlorethyl)ether	5.619	93.00>63.10	9	95.00>65.00	6
8. 2-Chlorphenol	5.688	128.00>64.00	18	128.00>91.90	15
9. 1,3-Dichlorbenzene	5.863	146.00>111.10	21	146.00>75.20	30
10. 1,4-Dichlorbenzol	5.944	146.00>111.10	21	146.00>75.20	30
11. Benzylalkohol	6.069	79.00>77.10	12	107.00>79.10	9
12. 1,2-Dichlorbenzol	6.116	146.00>111.10	21	146.00>75.20	30
13. 2-Methylphenol	6.194	108.00>77.00	27	108.00>79.00	18
14. 2,2'-Oxybis(1-chlorpropan)	6.229	121.05>77.00	9	121.05>45.00	6
15. 3 and 4-Methylphenol	6.369	107.10>77.10	15	107.10>79.10	6
16. N-Nitrosodi-N-propylamin	6.374	130.10>113.10	4	130.10>88.10	4
17. Hexachlorethan	6.511	117.00>81.90	30	119.00>83.80	33
18. Nitrobenzol	6.563	77.05>51.00	21	123.05>77.00	15
19. Nitrobenzol-d5	6.541	82.00>54.10	18	128.00>82.10	18
20. Isophoron	6.846	82.00>54.00	9	138.00>82.00	18
21. 2-Nitrophenol	6.941	139.00>109.10	9	139.00>81.00	12
22. 2,4-Dimethylphenol	6.99	107.00>77.10	18	122.00>107.10	18
23. Benzoesäure	7.019	122.10>105.10	9	105.10>77.10	15
24. Bis(2-chlorethoxy)methan	7.102	93.00>63.10	9	95.00>65.00	6
25. 2,4-Dichlorphenol	7.223	162.00>63.10	33	164.00>63.10	30
26. 1,2,4-Trichlorbenzol	7.333	180.00>109.00	30	180.00>145.10	18
27. Naphthalin	7.424	128.10>102.10	20	128.10>78.00	20
28. 2,6-Dichlorphenol	7.223	136.00>108.10	27	136.00>134.10	27
29. 4-Chloranilin	7.484	127.00>65.10	27	127.00>92.10	18
30. Hexachlorbutadien	7.59	225.00>189.80	21	225.00>155.00	30
31. 4-Chlor-3-methylphenol	8.072	107.00>77.10	18	142.00>107.00	18
32. 2-Methylnaphthalin	8.268	142.10>115.10	28	115.10>89.00	16
33. 1-Methylnaphthalin	8.388	142.10>115.10	28	115.10>89.00	16
34. Hexachlorcyclopentadien	8.474	237.00>141.00	27	237.00>143.00	27
35. 2,4,6-Trichlorphenol	8.613	196.00>97.00	33	198.00>97.00	30
36. 2,4,5-Trichlorphenol	8.651	196.00>97.00	33	198.00>97.00	30
37. 2-Fluorobiphenyl	8.721	172.00>151.20	27	172.00>146.10	27
38. 2-Chlornaphthalin	8.862	162.00>127.10	18	162.00>77.10	33
39. 2-Nitroanilin	8.979	138.00>92.00	15	138.00>65.10	33
40. 1,4-Dinitrobenzol	9.143	168.00>75.10	30	168.00>92.00	15
41. Dimethylphthalat	9.216	163.00>77.20	15	163.00>133.10	15
42. 1,3-Dinitrobenzol	9.14	168.00>75.00	30	168.00>122.00	12
43. 2,6-Dinitrotoluol	9.281	165.00>90.00	15	165.00>63.10	33
44. Acenaphthylen	9.374	152.10>150.10	28	152.10>126.10	28
45. 3-Nitroanilin	9.484	92.05>65.00	12	138.05>65.00	27
46. Acenaphthen	9.592	152.10>150.10	28	152.10>126.10	28
47. 2,4-Dinitrophenol	9.617	184.05>107.00	12	154.05>107.00	6
48. 4-Nitrophenol	9.689	109.05>81.00	12	109.05>53.10	18
49. 2,4-Dinitrotoluol	9.778	89.05>63.10	18	165.05>119.00	6
50. Dibenzofuran	9.805	168.00>139.10	24	139.00>89.10	21
51. 2,3,5,6-Tetrachlorphenol	9.904	230.00>130.90	36	232.00>132.90	36
52. 2,3,4,6-Tetrachlorphenol	9.958	230.00>130.90	36	232.00>132.90	36
53. Diethylphthalat	10.093	149.00>65.00	30	177.00>149.10	12
54. 4-Chlorphenylphenylether	10.234	141.00>115.20	21	204.00>141.20	21
55. Fluoren	10.23	165.10>163.10	28	165.10>115.10	28
56. 4-Nitroanilin	10.234	138.00>108.10	12	108.00>80.00	12
57. 4,6-Dinitro-2-methylphenol	10.283	198.05>121.00	12	198.05>53.00	27
58. N-Nitrosodiphenylamin (Diphenylamin)	10.376	169.00>167.20	27	168.00>139.00	39
59. Diphenylhydrazin	10.429	77.00>51.20	15	77.00>74.10	33
60. 2,4,6-Tribromphenol	10.524	329.80>141.00	36	331.80>142.90	36
61. 4-Bromophenylphenylether	10.839	250.00>141.10	21	248.00>141.10	18
62. Hexachlorbenzol	10.922	283.80>248.80	24	283.80>213.80	28
63. Pentachlorphenol	11.159	265.90>164.90	26	265.90>166.90	26
64. Phenanthren	11.421	178.10>176.10	28	178.10>152.10	20
65. Anthracen	11.484	178.10>176.10	28	178.10>152.10	20
66. Carbazol	11.68	167.00>139.20	27	166.00>140.00	18
67. Di-n-butylphthalat	12.131	149.00>93.10	18	149.00>65.10	24
68. Fluoranthren	12.9	202.10>200.10	30	200.10>198.10	30
69. Benzidin	13.062	184.00>156.10	24	184.00>167.10	24
70. Pyren	13.18	202.10>200.10	30	200.10>198.10	30
71. o-Terphenyl-D14	13.377	244.00>240.10	30	244.00>226.20	18
72. Butylbenzylphthalat	14.012	149.00>65.10	24	149.00>93.10	18
73. Bis(2-ethylhexyl)adipat	14.129	129.00>55.10	21	129.00>101.10	9
74. 3'3-Dichlorbenzidin	14.769	212.00>180.10	24	212.00>196.20	21
75. Benz[a]anthracen	14.805	228.10>226.10	32	226.10>224.10	32
76. Bis(2-ethylhexyl)phthalat	14.875	149.00>65.10	24	167.00>149.10	15
77. Chrysen	14.861	228.10>226.10	32	226.10>224.10	32
78. Di-n-octylphthalat	16	149.00>65.10	24	149.00>93.20	18
79. Benzo[b]fluoranthren	16.691	252.10>250.10	36	250.10>248.10	36
80. Benzo[k]fluoranthren	16.746	252.10>250.10	36	250.10>248.10	36
81. Benzo[a]pyren	17.338	252.10>250.10	36	250.10>248.10	36
82. Dibenz[a,j]acridin	19.26	279.00>277.10	33	279.00>250.00	45
83. Indeno[1,2,3-cd]pyren	19.754	276.10>274.10	36	274.10>272.10	36
84. Dibenz[a,h]anthracen	19.813	278.10>276.10	36	278.10>274.10	60
85. Benzo[g,h,i]perylene	20.339	276.10>274.10	36	274.10>272.10	36

Abbildung 2: Die hochinerte Oberfläche der RMX-5Sil-MS-Säulen liefert symmetrische Peaks für saure (z.B. Pentachlorphenol), basische (z.B. Benzidin) und neutrale halbflüchtige Verbindungen, einschließlich eng eluierender PAKs.

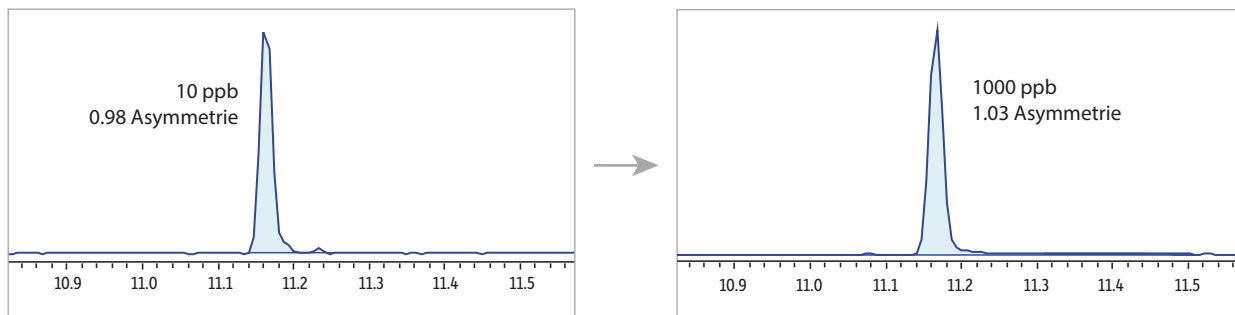
Benzo[b]fluoranthen und Benzo[k]fluoranthen; 252 --> 250.1 m/z



Benzidin; 184 --> 156.1 m/z



Pentachlorphenol; 265.9 --> 166.9 m/z



Zeit (min)
GC_EV1535

Säule RMX-5Sil MS, 30 m, 0.25 mm ID, 0.25 µm (Art.-Nr. 17323)
Injektion
 Inj. Vol.: 1 µL Splitinjektion (Splitverhältnis 5:1)
 Liner: 3.5 mm Topaz Single Taper Inlet Liner m. Glaswolle (Art.-Nr. 23336)
 Inj. Temp.: 275 °C
Ofen
 Ofentemperatur: 40 °C (1.5 min) auf 280 °C mit 20 °C/min auf 320 °C mit 5 °C/min (1 min)
Trägergas
 He, konstanter Fluss
 Lineargeschwindigkeit: 39.5 cm/sec bei 40 °C
Detektor
 SRM/MRM
 Akquisitionstyp: SRM/MRM
 Quelltemperatur: 230 °C
 Transferleitungs-Temp.: 300 °C
 Analysatortyp: Dreifach-Quadrupol
 Ionisierungsmodus: EI
 Kollisionsgas: Ar
 Tuningtyp: PFTBA
 60 µA
 Einstellung des Emissionsstroms:
Hinweise Shimadzu Nexis GC-2030 mit ultraschnellem Shimadzu GCMS-TQ8050 NX Massenspektrometer
 mit EI-Quelle und hocheffizienter UFSweeper-Kollisionszelle
Danksagung Shimadzu

Peaks	ts (min)	Übergang 1	Kollisionsenergie	Übergang 2	Kollisionsenergie 2
1. Benzidin	13.062	184.00>156.10	24	184.00>167.10	24
2. Benzo[b]fluoranthen	16.691	252.10>250.10	36	250.10>248.10	36
3. Benzo[k]fluoranthen	16.746	252.10>250.10	36	250.10>248.10	36
4. Pentachlorphenol	11.159	265.90>164.90	26	265.90>166.90	26

Kalibrierleistung

Wie Tabelle II zeigt, liefert die Kombination aus Shimadzu-GC-MS/MS-System und hochinertem RMX-5Sil-MS-Säule eine hohe Empfindlichkeit im Spurenbereich für unterschiedlichste Klassen halbflüchtiger Verbindungen. Die Kalibrierungen waren über alle Verbindungen hinweg stabil und erfüllten die vorgegebenen Datenqualitätsziele; der relative Standardfehler (%RSE) lag durchgängig bei $\leq 20\%$. Für eine repräsentative Auswahl halbflüchtiger Verbindungen wurde zusätzlich der Bestimmtheitskoeffizient bestimmt. In allen Fällen lag R^2 bei mindestens 0,99. Die linearen Kalibrierbereiche reichten – abhängig von der Verbindung – von 1–1000 ppb bzw. 10–1000 ppb. Lediglich für Benzoesäure wurde ein höherer Einstiegsbereich von 50–1000 ppb gewählt, was aufgrund ihrer eingeschränkten Löslichkeit auf 5-Typ-Phasen zu erwarten war. Auch bei der Nachweisgrenze zeigten sich durchweg sehr gute Ergebnisse. Für nahezu alle halbflüchtigen Verbindungen wurden instrumentelle Nachweisgrenzen von 1 pg oder weniger erreicht. Ausnahmen bildeten Benzoesäure (14,70 pg) und 2,4-Dinitrophenol (11,53 pg).

Tabelle II: Kalibrierleistung für die Analyse halbflüchtiger Verbindungen in Spurenkonzentrationen auf einer RMX-5Sil MS-Säule

Verbindungsname	Retentionszeit (min)	%RSE der Kalibrierkurve	R^2	Niedriger Punkt (ppb)	Hoher Punkt (ppb)	Geräte-Nachweisgrenze (IDL) (pg)
N-Nitrosodimethylamin	3.173	16.82		5	1000	2.14
Pyridin	3.276	8.69	0.994	10	1000	3.23
2-Fluorphenol	4.532	15.24		5	1000	0.28
Phenol	5.514	19.25		1	1000	0.70
Phenol-d5	5.5	17.86		1	1000	0.29
Anilin	5.554	9.52	0.993	10	1000	1.43
Bis(2-chlorethyl)ether	5.619	14.33		1	1000	0.42
2-Chlorphenol	5.688	19.78		1	1000	1.28
1,3-Dichlorbenzol	5.863	16.96		1	1000	0.36
1,4-Dichlorbenzol	5.944	17.90		1	1000	0.77
Benzylalkohol	6.069	17.06		1	1000	0.98
1,2-Dichlorbenzol	6.116	17.32		1	1000	1.13
2-Methylphenol	6.194	19.48		10	1000	1.95
2,2'-Oxybis(1-chlorpropan)	6.229	19.32		10	1000	4.04
3- und 4-Methylphenol	6.369	19.71		1	1000	1.01
N-Nitrosodi-N-propylamin	6.374	5.38	0.997	10	1000	3.10
Hexachlorethan	6.511	15.67		5	1000	1.36
Nitrobenzol	6.563	12.10	0.996	5	1000	0.81
Nitrobenzol-d5	6.541	17.81		1	1000	0.96
Isophoron	6.846	18.92		1	1000	0.56
2-Nitrophenol	6.941	13.56	0.996	10	1000	1.26
2,4-Dimethylphenol	6.99	19.63		1	1000	0.36
Benzoesäure	7.019	3.84	0.998	50	1000	14.70
Bis(2-chlorethoxy)methan	7.102	14.01		1	1000	0.26
2,4-Dichlorphenol	7.223	18.99		1	1000	0.83
1,2,4-Trichlorbenzol	7.333	10.67		1	1000	0.46
Naphthalin	7.424	8.68		1	1000	0.73
2,6-Dichlorphenol	7.223	18.18		1	1000	0.62
4-Chloranilin	7.484	13.85	0.998	5	1000	1.34
Hexachlorbutadien	7.59	13.96		1	1000	0.65
4-Chlor-3-methylphenol	8.072	16.99		1	1000	0.30
2-Methylnaphthalin	8.268	10.57		1	1000	0.63
1-Methylnaphthalin	8.388	18.50		1	1000	0.64
Hexachlorcyclopentadien	8.474	16.59	0.998	5	1000	2.72

Tabelle II: (Fortsetzung)

Verbindungsname	Retentionszeit (min)	%RSE der Kalibrierkurve	R ²	Niedriger Punkt (ppb)	Hoher Punkt (ppb)	Geräte-Nachweisgrenze (IDL) (pg)
2,4,6-Trichlorphenol	8.613	16.69		5	1000	1.55
2,4,5-Trichlorphenol	8.651	16.98		5	1000	0.76
2-Fluorbiphenyl	8.721	16.31		1	1000	1.05
2-Chlornaphthalin	8.862	14.23		1	1000	0.43
2-Nitroanilin	8.979	17.82	0.996	10	1000	1.33
1,4-Dinitrobenzol	9.143	12.76	0.996	10	1000	8.63
Dimethylphthalat	9.216	18.60		1	1000	0.60
1,3-Dinitrobenzol	9.14	18.88	0.991	10	1000	6.97
2,6-Dinitrotoluol	9.281	19.86	0.997	5	1000	2.06
Acenaphthylen	9.374	11.73		1	1000	0.37
3-Nitroanilin	9.484	18.30	0.995	10	1000	2.89
Acenaphthen	9.592	9.44	0.991	1	1000	2.61
2,4-Dinitrophenol	9.617	7.79	0.995	10	1000	11.53
4-Nitrophenol	9.689	14.01	0.998	10	1000	4.39
2,4-Dinitrotoluol	9.778	14.84	0.999	10	1000	4.30
Dibenzofuran	9.805	9.94		1	1000	0.38
2,3,5,6-Tetrachlorphenol	9.904	16.86		5	1000	2.37
2,3,4,6-Tetrachlorphenol	9.958	17.72	0.997	5	1000	1.74
Diethylphthalat	10.093	15.97		1	1000	0.67
4-Chlorphenylphenylether	10.234	7.21		1	1000	0.57
Fluoren	10.23	14.54		1	1000	0.37
4-Nitroanilin	10.234	18.81	0.993	10	1000	2.33
4,6-Dinitro-2-methylphenol	10.283	19.99	0.996	10	1000	7.99
N-Nitrosodiphenylamin	10.376	18.03		1	1000	0.53
Diphenylamin	10.376	18.03		1	1000	0.53
Diphenylhydrazin	10.429	14.83		10	1000	3.39
2,4,6-Tribromphenol	10.524	18.55	0.997	5	1000	4.15
4-Bromphenylphenylether	10.839	15.84		1	1000	0.74
Hexachlorbenzol	10.922	12.99		1	1000	0.96
Pentachlorphenol	11.159	16.75	0.997	5	1000	1.14
Phenanthren	11.421	13.06		1	1000	0.18
Anthracen	11.484	15.30		1	1000	0.92
Carbazol	11.68	14.68		1	1000	0.52
Di-n-butylphthalat	12.131	15.80		5	1000	0.25
Fluoranthren	12.9	10.80		1	1000	0.26
Benzidin	13.062	19.24	0.998	10	1000	1.43
Pyren	13.18	10.13		1	1000	0.54
o-Terphenyl-D14	13.377	13.45		1	1000	0.62
Butylbenzylphthalat	14.012	15.67		5	1000	0.76
Bis(2-ethylhexyl)adipat	14.129	18.95	0.994	10	1000	1.15
3'3-Dichlorbenzidin	14.769	17.70	0.996	10	1000	1.76
Benz[a]anthracen	14.805	11.61		1	1000	0.38
Bis(2-ethylhexyl)phthalat	14.875	19.67		5	1000	0.58
Chrysen	14.861	8.91		1	1000	0.34

Tabelle II: (Fortsetzung)

Verbindungsname	Retentionszeit (min)	%RSE der Kalibrierkurve	R ²	Niedriger Punkt (ppb)	Hoher Punkt (ppb)	Geräte-Nachweisgrenze (IDL) (pg)
Di-n-octylphthalat	16	18.78	0.998	5	1000	0.49
Benzo[b]fluoranthen	16.691	11.15		1	1000	0.41
Benzo[k]fluoranthen	16.746	13.09		1	1000	0.50
Benzo[a]pyren	17.338	12.32		1	1000	0.24
Dibenz[a,j]acridin	19.26	19.92		1	1000	0.60
Indeno[1,2,3-cd]pyren	19.754	15.17		1	1000	0.71
Dibenz[a,h]anthracen	19.813	13.06		1	1000	0.56
Benzo[g,h,i]perylene	20.339	10.79		1	1000	0.50

Schlussfolgerung

Die Ergebnisse dieser Studie zeigen deutlich, dass sich RMX-5Sil-MS-Säulen sehr gut für die GC-MS/MS-Analyse halbflüchtiger Verbindungen im Spurenbereich eignen, also bei Konzentrationen im einstelligen ppb-Bereich. Über die gesamte Analytliste hinweg zeigte die Säule eine hohe Inertheit gegenüber sauren, basischen und neutralen Verbindungen und lieferte durchweg stabile, lineare Kalibrierungen. Besonders bemerkenswert ist, dass Peakform und -symmetrie auch bei niedrigen Konzentrationen erhalten blieben, bei denen reaktive Analyten üblicherweise problematisch sind. Für 98 % der untersuchten Verbindungen wurden instrumentelle Nachweisgrenzen von 1 pg oder weniger erreicht. Gleichzeitig erstreckten sich die linearen Kalibrierbereiche – je nach Analyt – von 1, 5 oder 10 ppb bis 1000 ppb, bei relativen Standardfehlern der Kalibrierkurven von höchstens 20 %.

Literaturhinweise

1. U.S. Environmental Protection Agency, Method 8270E, Semivolatile Organic Compounds by Gaschromatography/Massenspektrometry, Juni 2018. https://www.epa.gov/sites/default/files/2020-10/documents/method_8270e_update_vi_06-2018_0.pdf
2. U.S. Environmental Protection Agency, Method 3511 (SW-846), Organic Compounds in Water by Microextraktion, Juli 2014. <https://www.epa.gov/hw-sw846/sw-846-test-method-3511-organic-compounds-water-microextraction>

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 Single Taper Inlet Liner

Art.-Nr.	Produktname	Einheiten
23336	Topaz, Single Taper Inlet Liner, 3.5 mm x 5.0 x 95, für Shimadzu GCs 17A, 2010, 2014 und 2030, mit Quarzwolle am unteren Ende, Premium-Deaktivierung	1

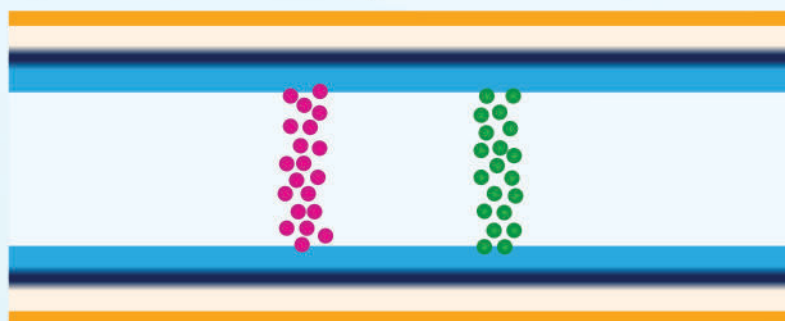


Was macht RMX-Säulen besser?

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

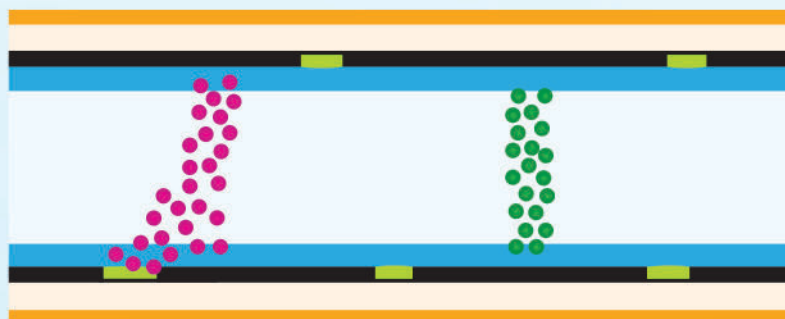


Inaktiv



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!



RESTEK

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.# EVAN5254-DE