

Analisi dei semivolatili in tracce: valutazione della colonna RMX-5Sil MS

Pubblicato in collaborazione con Shimadzu Corporation

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

Punti chiave

- La deattivazione altamente efficace della colonna GC garantisce un percorso di flusso del campione eccezionalmente inerte.
- Il massimo livello di inerzia consente di ottenere picchi netti e simmetrici e limiti di rilevabilità strumentale (IDL) nell'ordine del singolo o sub-picogrammo per un'ampia gamma di composti semivolatili critici.
- Gli obiettivi di qualità dei dati per la calibrazione sono stati facilmente raggiunti, con un errore standard relativo (RSE) $\leq 20\%$ per tutti i semivolatili e punti di calibrazione minimi compresi tra 1–10 ppb per tutti i composti, a eccezione dell'acido benzoico (50 ppb).

Abstract

In questa nota applicativa valutiamo le prestazioni di una colonna RMX-5Sil MS per l'analisi GC-MS/MS in tracce di composti organici semivolatili. Per tutti i composti sono stati ottenuti limiti di rilevabilità strumentale nell'ordine del singolo o sub-picogrammo, a eccezione dell'acido benzoico (14,70 pg) e del 2,4-dinitrofenolo (11,53 pg). L'errore standard relativo percentuale (RSE%) della curva di calibrazione è risultato $\leq 20\%$ per tutti i composti; gli intervalli di calibrazione erano compresi tra 1–1000 ppb e 10–1000 ppb, a eccezione dell'acido benzoico, per il quale l'intervallo era 50–1000 ppb.

Introduzione

I laboratori di analisi ambientali analizzano abitualmente i composti organici semivolatili (SVOC) mediante GC-MS o GC-MS/MS, seguendo metodiche quali il Metodo EPA 8270E. I laboratori adottano sempre più spesso metodi GC-MS/MS, perché la migliore selettività del detector consente analisi più sensibili, come quelle richieste dal Metodo EPA 3511 basato sulla microestrazione, che permette di ridurre i tempi analitici e il consumo di solvente rispetto ai metodi tradizionali di preparazione del campione, che possono richiedere fino a un litro di campione. Per sfruttare appieno i benefici della sensibilità dell'MS/MS, la colonna analitica deve essere altamente inerte, al fine di massimizzare il rapporto segnale/rumore dei picchi. Una deattivazione della colonna efficace e di ampio spettro è essenziale per garantire buone prestazioni complessive del metodo su un'ampia varietà di composti, caratterizzati da chimiche diverse e da meccanismi di interazione differenti con eventuali siti attivi presenti sulla superficie della colonna. In questo studio viene effettuata una valutazione indipendente delle prestazioni analitiche di una colonna RMX-5Sil MS su un'ampia gamma di semivolatili in tracce, compresi composti noti per essere particolarmente critici. Le prestazioni cromatografiche e gli intervalli di calibrazione sono stati esaminati per valutare l'idoneità della colonna al raggiungimento di limiti di rilevabilità a livello di picogrammo.



Prodotti correlati

- Colonna RMX-5Sil MS da 30 m, ID 0,25 mm, 0,25 μm (n° cat. 17323)

Studio sperimentale

Preparazione degli standard

Gli standard di calibrazione multicomponente sono stati preparati in cloruro di metilene su un intervallo di concentrazione 1–1000 ppb (11 punti), utilizzando standard di riferimento disponibili in commercio.

Condizioni strumentali

I campioni sono stati analizzati utilizzando una colonna RMX-5Sil MS da 30 m, ID 0,25 mm, 0,25 μm (n° cat. 17323). L'analisi dei composti semivolatili mediante GC-MS/MS è stata effettuata con un gascromatografo Shimadzu Nexis GC-2030 accoppiato a uno spettrometro di massa ultrarapido Shimadzu GCMS-TQ8050 NX, dotato di sorgente EI e cella di collisione ad alta efficienza UFsweeper, operando secondo le condizioni riportate di seguito.

Tabella I: Condizioni del metodo GC-MS/MS per l'analisi dei semivolatili in tracce

Gascromatografo	Shimadzu Nexis GC-2030
Colonna	RMX-5Sil MS, 30 m x ID 0,25 mm x 0,25 μm (n° cat. 17323)
Modalità flusso	Velocità lineare costante (39,5 cm/s)
Modalità iniettore	Split (5:1)
Liner per iniettore	Liner per iniettore a cono singolo Topaz da 3,5 mm con lana (n° cat. 23336)
Volume di iniezione	1 μL
Temperatura iniettore	275 °C
Programma forno	da 40 °C (mantenimento 1,5 min) a 280 °C a 20 °C/min, fino a 320 °C a 5 °C/min (mantenimento 1 min)
Sistema MS	Spettrometro di massa ultrarapido Shimadzu GCMS-TQ8050 NX con sorgente EI e cella di collisione ad alta efficienza UFsweeper
Ionizzazione	Impatto elettronico
Energia di ionizzazione	70 eV
Corrente di emissione	60 mA
Modalità di acquisizione	MRM
Gas di collisione	Argon
Temperatura della sorgente	230 °C
Temperatura dell'interfaccia GC	300 °C

Risultati e discussione

Prestazioni cromatografiche

Nel complesso, la colonna RMX-5Sil MS ha fornito eccellenti forme dei picchi e una buona separazione per 86 composti semivolatili a 50 ppb lungo l'intero spazio cromatografico, con l'ultimo composto eluente in poco meno di 21 minuti (Figura 1). Per valutare l'inerzia della colonna, lo scodamento dei picchi è stato misurato agli estremi inferiore e superiore dell'intervallo lineare di calibrazione per composti acidi e basici notoriamente particolarmente problematici. Come mostrato in Figura 2, la superficie inerte ha ridotto al minimo l'attività superficiale a basse concentrazioni e massimizzato la simmetria dei picchi, consentendo un'integrazione semplice e accurata, anche nel caso di composti difficili analizzati a basse concentrazioni. Inoltre, la superficie non ha mostrato effetti negativi sulla selettività del polimero, come dimostrato dalla buona separazione della coppia di idrocarburi policiclici aromatici (IPA) a eluizione ravvicinata, benzo(b)fluorantene e benzo(k)fluorantene, a 1 ppb.

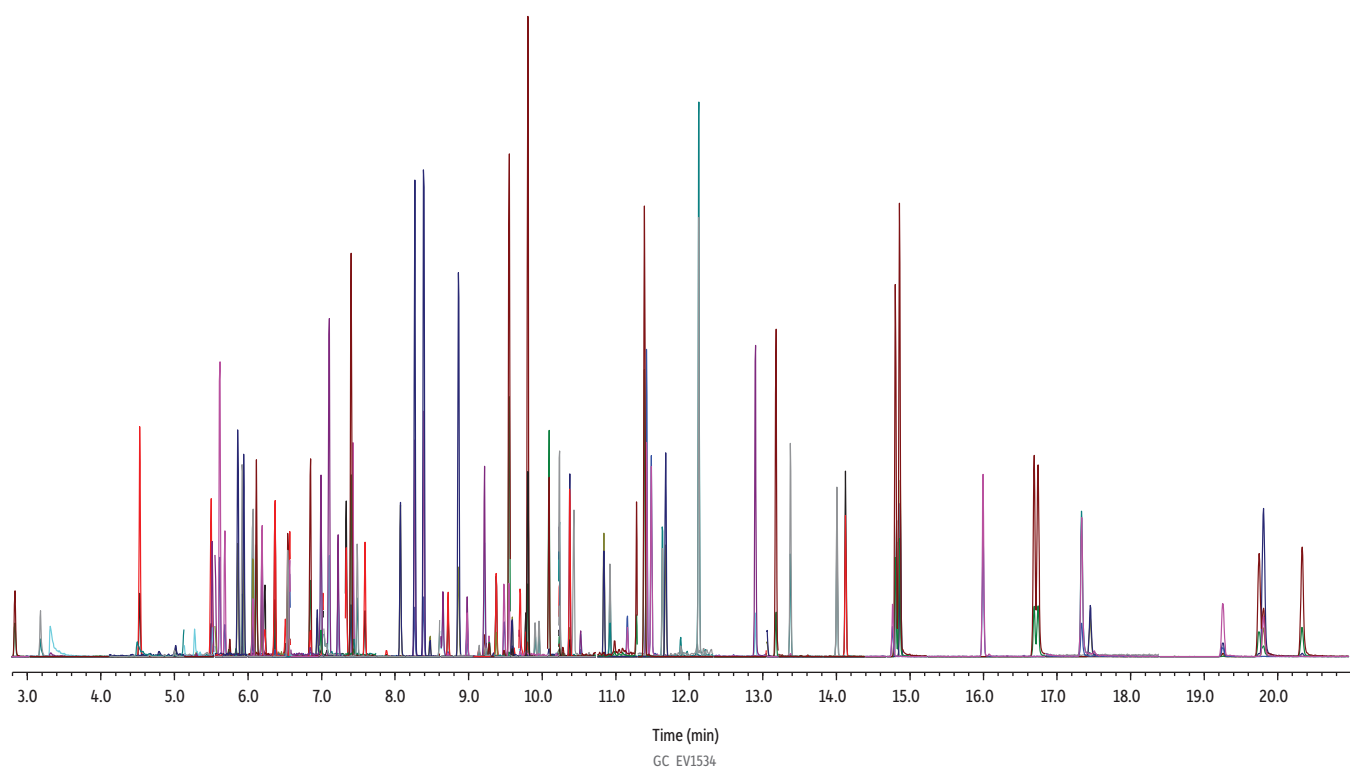
Vuoi personalizzare un metodo?

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 1: Analisi GC-MS/MS di 86 semivolatili su una colonna RMX-5Sil MS (50 ppb, TIC)



Column	RMX-5Sil MS, 30 m, 0.25 mm ID, 0.25 μ m (cat.# 17323)
Injection	
Inj. Vol.:	1 μ L split (split ratio 5:1)
Liner:	3.5 mm Topaz single taper inlet liner w/wool (cat.# 23336)
Inj. Temp.:	275 °C
Oven	
Oven Temp.:	40 °C (hold 1.5 min) to 280 °C at 20 °C/min to 320 °C at 5 °C/min (hold 1 min)
Carrier Gas	He, constant flow
Linear Velocity:	39.5 cm/sec @ 40 °C
Detector	SRM/MRM
Acquisition Type:	SRM/MRM
Source Temp.:	230 °C
Transfer Line Temp.:	300 °C
Analyzer Type:	Triple Quadrupole
Ionization Mode:	El
Collision Gas:	Ar
Tune Type:	PFTBA
Tune Emission Current:	60 μ A
Notes	Shimadzu Nexis GC-2030 with Shimadzu GCMS-TQ8050 NX ultra-fast mass spectrometer with EI source and UFSweeper high-efficiency collision cell
Acknowledgement	Shimadzu

Hai bisogno di aiuto per scegliere applicazioni o prodotti?

Contattaci!

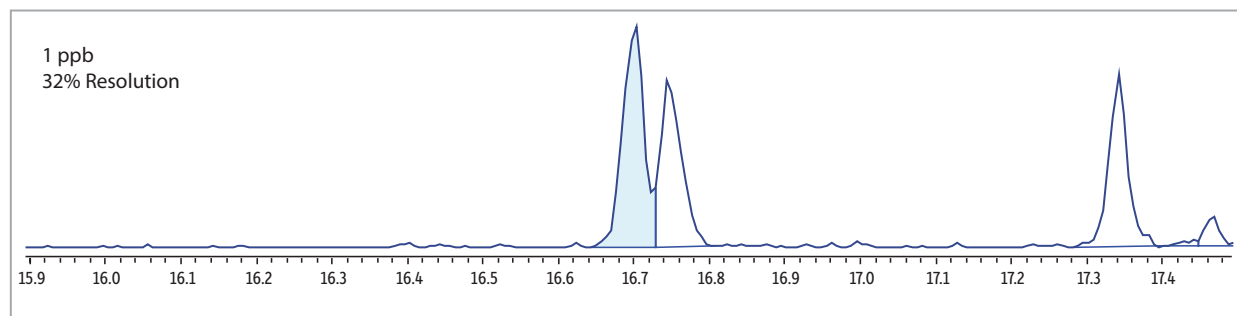


Figura 1: (continua)

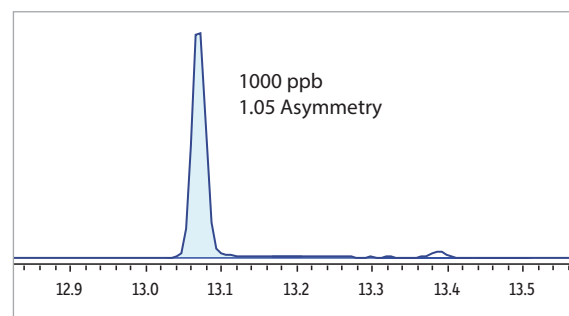
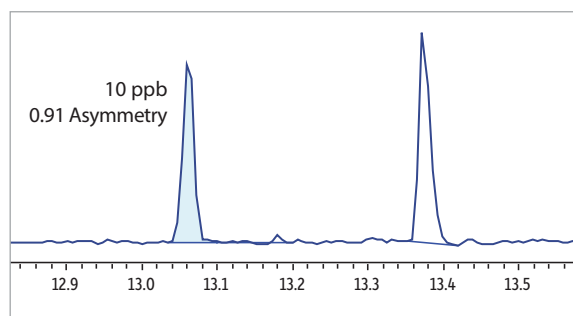
Peaks	ta (min)	Transition 1	Collision energy	Transition 2	Collision energy 2
1. N-Nitrosodimethylamine	3.173	74.00>44.10	6	74.00>42.10	18
2. Pyridine	3.276	79.10>50.10	21	79.10>52.10	15
3. 2-Fluorophenol	4.532	112.00>64.10	18	112.00>92.10	9
4. Phenol	5.514	94.00>66.00	9	66.00>40.00	12
5. Phenol-d5 Surr	5.5	99.00>71.10	12	99.00>69.10	27
6. Aniline	5.554	93.00>66.10	18	93.00>51.10	30
7. Bis(2-chloroethyl) ether	5.619	93.00>63.10	9	95.00>65.00	6
8. 2-Chlorophenol	5.688	128.00>64.00	18	128.00>91.90	15
9. 1,3-Dichlorobenzene	5.863	146.00>111.10	21	146.00>75.20	30
10. 1,4-Dichlorobenzene	5.944	146.00>111.10	21	146.00>75.20	30
11. Benzyl alcohol	6.069	79.00>77.10	12	107.00>79.10	9
12. 1,2-Dichlorobenzene	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-chloropropane)	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-propylamine	6.374	130.10>113.10	4	130.10>88.10	4
17. Hexachloroethane	6.511	117.00>81.90	30	119.00>83.80	33
18. Nitrobenzene	6.563	77.05>51.00	21	123.05>77.00	15
19. Nitrobenzene-d5	6.541	82.00>54.10	18	128.00>82.10	18
20. Isophorone	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. Benzoic Acid	7.019	122.10>105.10	9	105.10>77.10	15
24. Bis(2-chloroethoxy)methane	7.102	93.00>63.10	9	95.00>65.00	6
25. 2,4-Dichlorophenol	7.223	162.00>63.10	33	164.00>63.10	30
26. 1,2,4-Trichlorobenzene	7.333	180.00>109.00	30	180.00>145.10	18
27. Naphthalene	7.424	128.10>102.10	20	128.10>78.00	20
28. 2,6-Dichlorophenol	7.223	136.00>108.10	27	136.00>134.10	27
29. 4-Chloroaniline	7.484	127.00>65.10	27	127.00>92.10	18
30. Hexachlorobutadiene	7.59	225.00>189.80	21	225.00>155.00	30
31. 4-Chloro-3-methylphenol	8.072	107.00>77.10	18	142.00>107.00	18
32. 2-Methylnaphthalene	8.268	142.10>115.10	28	115.10>89.00	16
33. 1-Methylnaphthalene	8.388	142.10>115.10	28	115.10>89.00	16
34. Hexachlorocyclopentadiene	8.474	237.00>141.00	27	237.00>143.00	27
35. 2,4,6-Trichlorophenol	8.613	196.00>97.00	33	198.00>97.00	30
36. 2,4,5-Trichlorophenol	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-Chloronaphthalene	8.862	162.00>127.10	18	162.00>77.10	33
39. 2-Nitroaniline	8.979	138.00>92.00	15	138.00>65.10	33
40. 1,4-Dinitrobenzene	9.143	168.00>75.10	30	168.00>92.00	15
41. Dimethylphthalate	9.216	163.00>77.20	15	163.00>133.10	15
42. 1,3-Dinitrobenzene	9.14	168.00>75.00	30	168.00>122.00	12
43. 2,6-Dinitrotoluene	9.281	165.00>90.00	15	165.00>63.10	33
44. Acenaphthylene	9.374	152.10>150.10	28	152.10>126.10	28
45. 3-Nitroaniline	9.484	92.05>65.00	12	138.05>65.00	27
46. Acenaphthene	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-Dinitrotoluene	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-Tetrachlorophenol	9.904	230.00>130.90	36	232.00>132.90	36
52. 2,3,4,6-Tetrachlorophenol	9.958	230.00>130.90	36	232.00>132.90	36
53. Diethylphthalate	10.093	149.00>65.00	30	177.00>149.10	12
54. 4-Chlorophenyl phenyl ether	10.234	141.00>115.20	21	204.00>141.20	21
55. Fluorene	10.23	165.10>163.10	28	165.10>115.10	28
56. 4-Nitroaniline	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-Nitrosodiphenylamine (Diphenylamine)	10.376	169.00>167.20	27	168.00>139.00	39
59. Diphenylhydrazine	10.429	77.00>51.20	15	77.00>74.10	33
60. 2,4,6-Tribromophenol	10.524	329.80>141.00	36	331.80>142.90	36
61. 4-Bromophenyl phenyl ether	10.839	250.00>141.10	21	248.00>141.10	18
62. Hexachlorobenzene	10.922	283.80>248.80	24	283.80>213.80	28
63. Pentachlorophenol	11.159	265.90>164.90	26	265.90>166.90	26
64. Phenanthrene	11.421	178.10>176.10	28	178.10>152.10	20
65. Anthracene	11.484	178.10>176.10	28	178.10>152.10	20
66. Carbazole	11.68	167.00>139.20	27	166.00>140.00	18
67. Di-n-butylphthalate	12.131	149.00>93.10	18	149.00>65.10	24
68. Fluoranthene	12.9	202.10>200.10	30	200.10>198.10	30
69. Benzdine	13.062	184.00>156.10	24	184.00>167.10	24
70. Pyrene	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. Butylbenzylphthalate	14.012	149.00>65.10	24	149.00>93.10	18
73. Bis(2-ethylhexyl)adipate	14.129	129.00>55.10	21	129.00>101.10	9
74. 3'3-Dichlorobenzidine	14.769	212.00>180.10	24	212.00>196.20	21
75. Benz[a]anthracene	14.805	228.10>226.10	32	226.10>224.10	32
76. Bis(2-ethylhexyl)phthalate	14.875	149.00>65.10	24	167.00>149.10	15
77. Chrysene	14.861	228.10>226.10	32	226.10>224.10	32
78. Di-n-octylphthalate	16	149.00>65.10	24	149.00>93.20	18
79. Benzo[b]fluoranthene	16.691	252.10>250.10	36	250.10>248.10	36
80. Benzo[k]fluoranthene	16.746	252.10>250.10	36	250.10>248.10	36
81. Benzo[a]pyrene	17.338	252.10>250.10	36	250.10>248.10	36
82. Dibenz[a,j]acridine	19.26	279.00>277.10	33	279.00>250.00	45
83. Indeno[1,2,3-cd]pyrene	19.754	276.10>274.10	36	274.10>272.10	36
84. Dibenz[a,h]anthracene	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

Figura 2: La deattivazione altamente efficace impiegata nelle colonne RMX-5Sil MS crea una superficie eccezionalmente inerte, in grado di generare picchi simmetrici per un'ampia gamma di composti semivolatili, inclusi composti acidi (pentaclorofenolo), composti basici (benzidina) e idrocarburi policiclici aromatici (IPA) a eluizione ravvicinata.

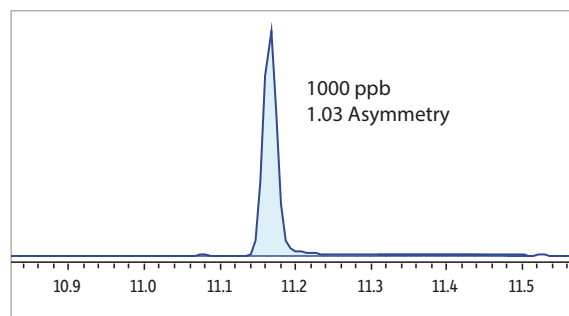
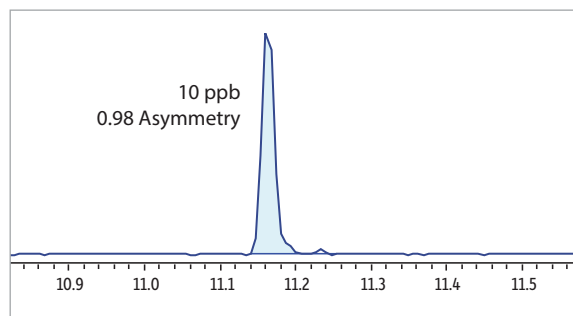
Benzo[b]- and [k]- fluoranthene; 252 --> 250.1 m/z



Benzidine; 184 --> 156.1 m/z



Pentachlorophenol; 265.9 --> 166.9 m/z



Time (min)
GC_EV1535

Column RMX-5Sil MS, 30 m, 0.25 mm ID, 0.25 µm (cat.# 17323)
Injection
 Inj. Vol.: 1 µL split (split ratio 5:1)
 Liner: 3.5 mm Topaz single taper inlet liner w/wool (cat.# 23336)
 Inj. Temp.: 275 °C
Oven
 Oven Temp.: 40 °C (hold 1.5 min) to 280 °C at 20 °C/min to 320 °C at 5 °C/min (hold 1 min)
Carrier Gas
 He, constant flow
 Linear Velocity: 39.5 cm/sec @ 40 °C
Detector
 Acquisition Type: SRM/MRM
 Source Temp.: 230 °C
 Transfer Line Temp.: 300 °C
 Analyzer Type: Triple Quadrupole
 Ionization Mode: EI
 Collision Gas: Ar
 Tune Type: PFTBA
 Tune Emission Current: 60 µA
Notes
 Shimadzu Nexis GC-2030 with Shimadzu GCMS-TQ8050 NX ultra-fast mass spectrometer with EI source and UFSweeper high-efficiency collision cell
Acknowledgement
 Shimadzu

Peaks	tr (min)	Transition 1	Collision energy	Transition 2	Collision energy 2
1. Benzidine	13.062	184.00>156.10	24	184.00>167.10	24
2. Benzo[b]fluoranthene	16.691	252.10>250.10	36	250.10>248.10	36
3. Benzo[k]fluoranthene	16.746	252.10>250.10	36	250.10>248.10	36
4. Pentachlorophenol	11.159	265.90>164.90	26	265.90>166.90	26

Prestazioni di calibrazione

Come mostrato in Tabella II, la combinazione del sistema Shimadzu GC-MS/MS e della colonna analitica RMX-5Sil MS a elevata inerzia ha consentito di ottenere un'eccellente sensibilità a livello di tracce per un'ampia gamma di classi di composti semivolatili. L'errore standard relativo percentuale della curva di calibrazione è risultato $\leq 20\%$ per tutti i composti, soddisfacendo gli obiettivi di qualità dei dati previsti per la calibrazione. Inoltre, per un sottoinsieme rappresentativo di semivolatili è stato determinato il coefficiente R^2 , che è risultato $\geq 0,99$ per tutti i composti valutati. Per tutti i semivolatili, gli intervalli di calibrazione erano compresi tra 1–1000 ppb e 10–1000 ppb, a eccezione dell'acido benzoico, per il quale l'intervallo era 50–1000 ppb. Un intervallo lineare leggermente più elevato per l'acido benzoico non è un risultato inatteso, poiché tale composto non si solubilizza efficacemente nelle fasi di tipo 5. Infine, sono stati ottenuti limiti di rilevabilità strumentale molto bassi, pari a livelli nell'ordine del singolo o sub-picogrammo per tutti i semivolatili, a eccezione dell'acido benzoico (14,70 pg) e del 2,4-dinitrofenolo (11,53 pg).

Tabella II: Prestazioni di calibrazione per l'analisi dei semivolatili in tracce on-column RMX-5Sil MS

Compound Name	Retention Time (min)	Calibration Curve %RSE	R^2	Low Point (ppb)	High Point (ppb)	IDL (pg)
N-Nitrosodimethylamine	3.173	16.82		5	1000	2.14
Pyridine	3.276	8.69	0.994	10	1000	3.23
2-Fluorophenol	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
Aniline	5.554	9.52	0.993	10	1000	1.43
Bis(2-chloroethyl) ether	5.619	14.33		1	1000	0.42
2-Chlorophenol	5.688	19.78		1	1000	1.28
1,3-Dichlorobenzene	5.863	16.96		1	1000	0.36
1,4-Dichlorobenzene	5.944	17.90		1	1000	0.77
Benzyl alcohol	6.069	17.06		1	1000	0.98
1,2-Dichlorobenzene	6.116	17.32		1	1000	1.13
2-Methylphenol	6.194	19.48		10	1000	1.95
2,2'-oxybis(1-chloropropane)	6.229	19.32		10	1000	4.04
3- and 4-Methylphenol	6.369	19.71		1	1000	1.01
N-Nitrosodi-N-propylamine	6.374	5.38	0.997	10	1000	3.10
Hexachloroethane	6.511	15.67		5	1000	1.36
Nitrobenzene	6.563	12.10	0.996	5	1000	0.81
Nitrobenzene-d5	6.541	17.81		1	1000	0.96
Isophorone	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
Benzoic acid	7.019	3.84	0.998	50	1000	14.70
Bis(2-chloroethoxy)methane	7.102	14.01		1	1000	0.26
2,4-Dichlorophenol	7.223	18.99		1	1000	0.83
1,2,4-Trichlorobenzene	7.333	10.67		1	1000	0.46
Naphthalene	7.424	8.68		1	1000	0.73
2,6-Dichlorophenol	7.223	18.18		1	1000	0.62
4-Chloroaniline	7.484	13.85	0.998	5	1000	1.34
Hexachlorobutadiene	7.59	13.96		1	1000	0.65
4-Chloro-3-methylphenol	8.072	16.99		1	1000	0.30
2-Methylnaphthalene	8.268	10.57		1	1000	0.63
1-Methylnaphthalene	8.388	18.50		1	1000	0.64
Hexachlorocyclopentadiene	8.474	16.59	0.998	5	1000	2.72
2,4,6-Trichlorophenol	8.613	16.69		5	1000	1.55
2,4,5-Trichlorophenol	8.651	16.98		5	1000	0.76

Tabella II: (continua)

Compound Name	Retention Time (min)	Calibration Curve %RSE	R ²	Low Point (ppb)	High Point (ppb)	IDL (pg)
2-Fluorobiphenyl	8.721	16.31		1	1000	1.05
2-Chloronaphthalene	8.862	14.23		1	1000	0.43
2-Nitroaniline	8.979	17.82	0.996	10	1000	1.33
1,4-Dinitrobenzene	9.143	12.76	0.996	10	1000	8.63
Dimethylphthalate	9.216	18.60		1	1000	0.60
1,3-Dinitrobenzene	9.14	18.88	0.991	10	1000	6.97
2,6-Dinitrotoluene	9.281	19.86	0.997	5	1000	2.06
Acenaphthylene	9.374	11.73		1	1000	0.37
3-Nitroaniline	9.484	18.30	0.995	10	1000	2.89
Acenaphthene	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-Dinitrotoluene	9.778	14.84	0.999	10	1000	4.30
Dibenzofuran	9.805	9.94		1	1000	0.38
2,3,5,6-Tetrachlorophenol	9.904	16.86		5	1000	2.37
2,3,4,6-Tetrachlorophenol	9.958	17.72	0.997	5	1000	1.74
Diethylphthalate	10.093	15.97		1	1000	0.67
4-Chlorophenyl phenyl ether	10.234	7.21		1	1000	0.57
Fluorene	10.23	14.54		1	1000	0.37
4-Nitroaniline	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-Nitrosodiphenylamine	10.376	18.03		1	1000	0.53
Diphenylamine	10.376	18.03		1	1000	0.53
Diphenylhydrazine	10.429	14.83		10	1000	3.39
2,4,6-Tribromophenol	10.524	18.55	0.997	5	1000	4.15
4-Bromophenyl phenyl ether	10.839	15.84		1	1000	0.74
Hexachlorobenzene	10.922	12.99		1	1000	0.96
Pentachlorophenol	11.159	16.75	0.997	5	1000	1.14
Phenanthrene	11.421	13.06		1	1000	0.18
Anthracene	11.484	15.30		1	1000	0.92
Carbazole	11.68	14.68		1	1000	0.52
Di-n-butylphthalate	12.131	15.80		5	1000	0.25
Fluoranthene	12.9	10.80		1	1000	0.26
Benzidine	13.062	19.24	0.998	10	1000	1.43
Pyrene	13.18	10.13		1	1000	0.54
o-Terphenyl-D14	13.377	13.45		1	1000	0.62
Butylbenzylphthalate	14.012	15.67		5	1000	0.76
Bis(2-ethylhexyl)adipate	14.129	18.95	0.994	10	1000	1.15
3'3-Dichlorobenzidine	14.769	17.70	0.996	10	1000	1.76
Benz[a]anthracene	14.805	11.61		1	1000	0.38
Bis(2-ethylhexyl)phthalate	14.875	19.67		5	1000	0.58
Chrysene	14.861	8.91		1	1000	0.34
Di-n-octylphthalate	16	18.78	0.998	5	1000	0.49
Benzo[b]fluoranthene	16.691	11.15		1	1000	0.41

Tabella II: (continua)

Compound Name	Retention Time (min)	Calibration Curve %RSE	R ²	Low Point (ppb)	High Point (ppb)	IDL (pg)
Benzo[k]fluoranthene	16.746	13.09		1	1000	0.50
Benzo[a]pyrene	17.338	12.32		1	1000	0.24
Dibenz[a,j]acridine	19.26	19.92		1	1000	0.60
Indeno[1,2,3-cd]pyrene	19.754	15.17		1	1000	0.71
Dibenz[a,h]anthracene	19.813	13.06		1	1000	0.56
Benzo[g,h,i]perylene	20.339	10.79		1	1000	0.50

Conclusioni

Questo studio ha confermato l'idoneità delle colonne RMX-5Sil MS per l'analisi dei semivolatili in tracce (ordine di pochi ppb) mediante GC-MS/MS. Nel complesso, la colonna ha dimostrato inerzia per un'ampia gamma di composti chimici (acidi, basici e neutri), producendo eccellenti curve di calibrazione lineari. La forma e la simmetria dei picchi sono risultate ottimali anche a basse concentrazioni, condizioni nelle quali i composti attivi risultano particolarmente difficili da analizzare. Quasi tutti i composti (98%) hanno raggiunto limiti di rilevabilità strumentale (IDL) pari o inferiori al singolo picogrammo, intervalli di calibrazione da 1, 5 o 10 ppb fino a 1000 ppb e curve di calibrazione con RSE ≤ 20%.

Bibliografia

1. U.S. Environmental Protection Agency, Method 8270E, Semivolatile organic compounds by gas chromatography/mass spectrometry, June 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 microextraction, July 2014. <https://www.epa.gov/hw-sw846/sw-846-test-method-3511-organic-compounds-water-microextraction>

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 a cono singolo Topaz

N° catalogo	Nome prodotto	Unità
23336	Liner per iniettore a cono singolo Topaz, 3,5 mm x 5,0 x 95, per GC Shimadzu 17A, 2010, 2014 e 2030, con lana di quarzo in corrispondenza del fondo, deattivazione premium	cad.



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

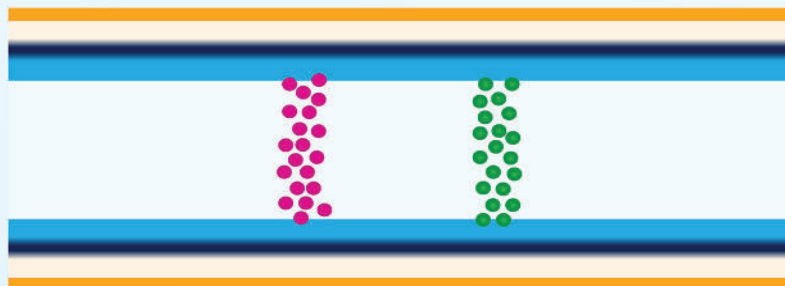


Cosa Rende Migliori le Colonne GC RMX?

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

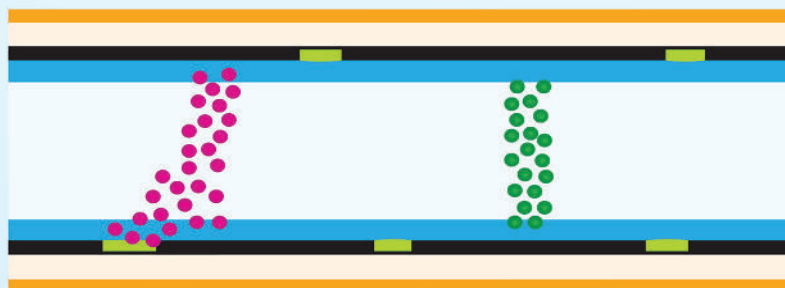


Inattivi



Attivi

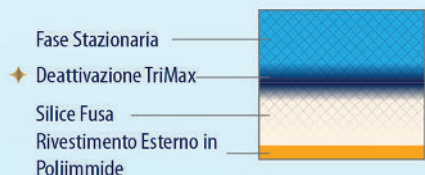
Deattivazione Non-TriMax



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!

