

半挥发性化合物检测限的提升研究

通过高惰性 RMX-5Sil MS 色谱柱提升 GC-MS/MS 灵敏度

By Erica Pack, Chris English, Ramkumar Dhandapani, Colton Myers

关键亮点：

- 高效的 TriMax 柱去活为酸性、碱性和中性样品提供了超惰的流路。
- 超高的惰性直接提升了对各种复杂半挥发性化合物的检测灵敏度。
- 与竞品高端色谱柱相比，在所测试的 52 种化合物中，RMX-5Sil MS 色谱柱有 60% 的化合物检测限（MDL）更低，63% 的化合物定量下限（LLOQ）更低。



相关产品

- RMX-5Sil MS 色谱柱，30 m × 0.25 mm 内径 × 0.25 μm (货号 17323)
- Topaz 4 mm 精准型衬管，带玻璃毛 (货号 23267)
- Restek 电子检漏仪 (货号 28500)
- 8270 校准混合液 #1 (货号 31618)
- 8270 校准混合液 #2 (货号 31619)
- 8270 校准混合液 #5 (货号 31995)
- 酸性替代物混合液 (4/89 SOW, 货号 31025)
- 中性/碱性替代物混合液 (4/89 SOW, 货号 31024)
- 修订版半挥发性内标混合液 (货号 31886)
- GC-MS 调谐混合液 (货号 31615)

摘要：

本研究评估了 GC 色谱柱钝化对 GC-MS/MS 半挥发性化合物分析检测限的影响。结果显示，使用 RMX-5Sil MS 色谱柱时，大约三分之二的目标化合物的 MDL 和 LLOQ 明显低于使用竞品高端色谱柱的结果。这种更高的灵敏度得益于 RMX-5Sil MS 色谱柱采用的更高效表面钝化处理，可在多种化学性质的半挥发性化合物分析中表现出优异性能。

引言

在环境基质中对痕量半挥发性有机化合物进行准确定量，对于污染评估、法规遵循以及对人类和生态健康的风险评估至关重要。由于 GC-MS/MS 具有高选择性和高灵敏度，它是降低半挥发性化合物检测限和定量限的核心技术。更高的灵敏度使实验室能够采用替代样品前处理方法，从而缩小提取体积并减少氯化溶剂的使用。方法灵敏度通常通过两个关键参数表征：方法检测限（MDL）和定量下限（LLOQ）。MDL 表示在 99% 的置信度下可与方法空白区分的最低浓度，而 LLOQ 则定义了实验室能够准确定量分析物的最低浓度。

在 GC-MS/MS 半挥发性化合物方法中降低 MDL 和 LLOQ 涉及多因素优化，包括样品前处理、进样技术、色谱条件以及质谱参数。此外，样品通路的惰性对于降低半挥发性化合物的检测和定量限起着至关重要的作用。GC 色谱柱厂家采用不同的钝化工艺处理柱表面，防止通过不稳定的峰形降低灵敏度的相互作用。然而，传统钝化方法往往对某些化合物类别更为有效，而对其他类别效果有限。Restek 开发的新一代 TriMax 钝化技术应用于所有 RMX 系列色谱柱，可形成极高惰性的表面，并在各种半挥发物类别中保持有效性。

本研究通过比较 RMX-5Sil MS 色谱柱与另一高端品牌柱在 MDL 与 LLOQ 水平上的表现，评估其检测和定量性能。实验采用溶剂标液而非基质样品，以排除样品处理和提取过程对柱性能的影响。

实验部分

标准品及样品制备

将校准标准品溶解于二氯甲烷，制备浓度分别为 0.5、1、2、5、10、20、50、100、200、500、1000、2000 和 5000 ppb。两种色谱柱均在第 1 天建立校准曲线，并对 0.5–100 ppb 标准品进行三重复进样。根据化合物响应确定每种半挥发性化合物的校准曲线线性范围。第 2 和第 3 天新配 0.5–100 ppb 标准品，进行三重复进样，用于确定每种半挥发性化合物在各色谱柱上的 MDL 和 LLOQ。

仪器条件

样品在 RMX-5Sil MS 色谱柱和竞品高端柱（30 m × 0.25 mm 内径 × 0.25 μm）上进行分析。使用 Thermo TRACE 1310 GC 配合 TSQ 8000 质谱仪进行半挥发性化合物分析，条件如下：

- 进样体积：1 μL
- 进样口衬管：Topaz 4 mm 精准型衬管，带玻璃毛（货号 23267）
- 进样口：280 °C，10:1 分流，1.2 mL/min
- 载气：氦气
- 柱温程序：40 °C（保持 1 分钟）升至 280 °C（12 °C/min），再升至 310 °C（3 °C/min）
- 检测器：MS/MS；SRM 模式；传输线温度 280 °C，源温 330 °C（SRM 转换参见色谱图）

数据质量评估

每种化合物的 MDL 通过最低校准点重算浓度标准偏差乘以 t=2.896 (n=9) 计算得出。LLOQ 由相同样品确定，定义为每种半挥发性化合物在各柱上的回收率在 80–120%（或最接近的）最低校准点。

结果与讨论

在所评估的 52 种化合物中，60%（31/52）的 MDL 在 RMX-5Sil MS 色谱柱上更低（表1，图 1）。类似地，63%（33/52）的 LLOQ 在 RMX-5Sil MS 色谱柱上更低（表1，图 2）。各化合物的具体结果列于表2。更低的 MDL 和 LLOQ 表明 RMX-5Sil MS 色谱柱可实现更高灵敏度，这归功于 Restek 新型表面钝化技术所提供的优异惰性。值得注意的是，使用 RMX-5Sil MS 色谱柱对酸性、碱性及中性半挥发性化合物均能实现较低的检测限。

表1：检测与定量下限比较：总体而言，高惰性的 RMX-5Sil MS 色谱柱在更多化合物上表现出更低的定量下限（LLOQ）和方法检测限（MDL），相比竞品高端柱，可实现半挥发性化合物更低的检测限

色谱柱	LLOQ (ppb)				MDL (ppb)			
	平均值	最小值	最大值	RMX更佳性能	平均值	最小值	最大值	RMX更佳性能
RMX-5Sil MS	14	1	100	33/52 化合物（63%）	1	0.1	14	31/52 化合物（60%）
竞品高端柱	19	1	100		2	0.1	51	

需要应用或产品选择方面的帮助吗？

联系我们!

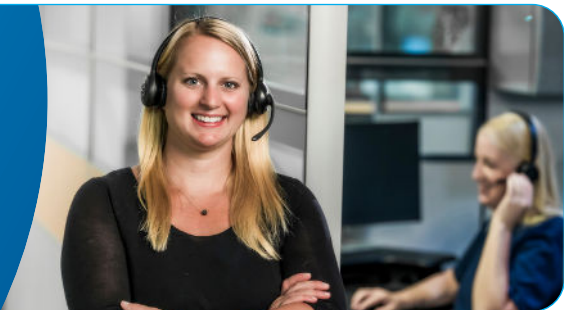


表2：各半挥发性化合物的检测限（LOD）与方法检测限（MDL）结果（金色标记表示 RMX-5SiI MS 色谱柱表现优于竞品柱）

化合物	RMX-5SiI MS		高端竞品柱	
	LLOQ	MDL	LLOQ	MDL
萘烯	5	0.42	100	0.60
苯酚	2	0.45	20	0.27
4-硝基苯胺	2	0.22	20	0.43
2,4-二甲苯酚	5	0.33	20	0.30
2-硝基酚	5	0.84	20	0.51
2-甲基酚	5	0.84	20	2.37
苯胺	5	0.67	20	0.43
二苯胺	5	0.74	20	0.85
苯并[a]蒽	5	0.29	20	0.49
2-氟联苯	5	0.20	20	0.30
2-甲基萘	5	0.15	20	0.32
苯并[ghi]花	5	0.39	20	0.08
菲	5	0.19	20	0.15
4-硝基酚	10	1.38	20	1.31
3-硝基苯胺	10	1.40	20	1.33
3,3'-二氯联苯胺	10	1.37	20	1.76
N-亚硝基二甲胺	10	0.63	20	0.53
硝基苯-d5	10	0.13	20	0.74
萘	10	0.93	20	1.53
苯并[b]荧蒽	10	0.71	20	1.31
苯并[k]荧蒽	10	0.67	20	2.65
苯并[a]芘	10	1.08	20	2.63
芴	10	0.48	20	1.54
2,4,6-三氯酚	1	0.40	10	0.16
2,6-二氯酚	2	0.30	10	0.21
对三联苯-d14	2	0.30	10	0.36
2,4,5-三氯酚	5	0.92	10	0.33

化合物	RMX-5SiI MS		高端竞品柱	
	LLOQ	MDL	LLOQ	MDL
2,3,4,6-四氯酚	5	1.52	10	1.48
4-氯-3-甲基酚	5	0.06	10	0.21
五氯酚	5	0.18	10	0.93
4-氯苯胺	5	0.55	10	0.32
邻-硝基苯胺	5	0.49	10	0.36
1-甲基萘	1	0.13	2	0.05
2-氯酚	1	0.55	1	0.47
2,4,6-三溴酚	20	1.79	20	3.79
2,4-二氯酚	1	0.32	1	0.41
2,4-二硝基酚	20	1.94	20	2.34
2-氟酚	1	0.20	1	0.20
3-甲基酚 & 4-甲基酚	20	0.59	20	0.69
苯甲酸	100	14.47	100	50.54
苯酚-d6	1	0.29	1	0.32
联苯胺	100	0.89	100	0.97
屈	5	0.30	5	0.23
芘	5	1.03	5	0.10
二苯并[a,h]蒽	20	1.06	20	2.58
茚并[1,2,3-cd]芘	20	0.59	20	1.81
萘	1	0.18	1	0.35
荧蒽	20	0.16	20	0.80
蒽	5	0.86	1	0.45
4,6-二硝基-2-甲基酚	50	1.59	10	1.80
地乐酚	50	2.23	10	3.39
吡啶	100	7.73	20	11.33

图 1：半挥发性化合物在 RMX-5SiI MS 色谱柱与高端竞品柱上的方法检测限（MDL）比较（化合物按酸性、碱性及中性类别分组排列）

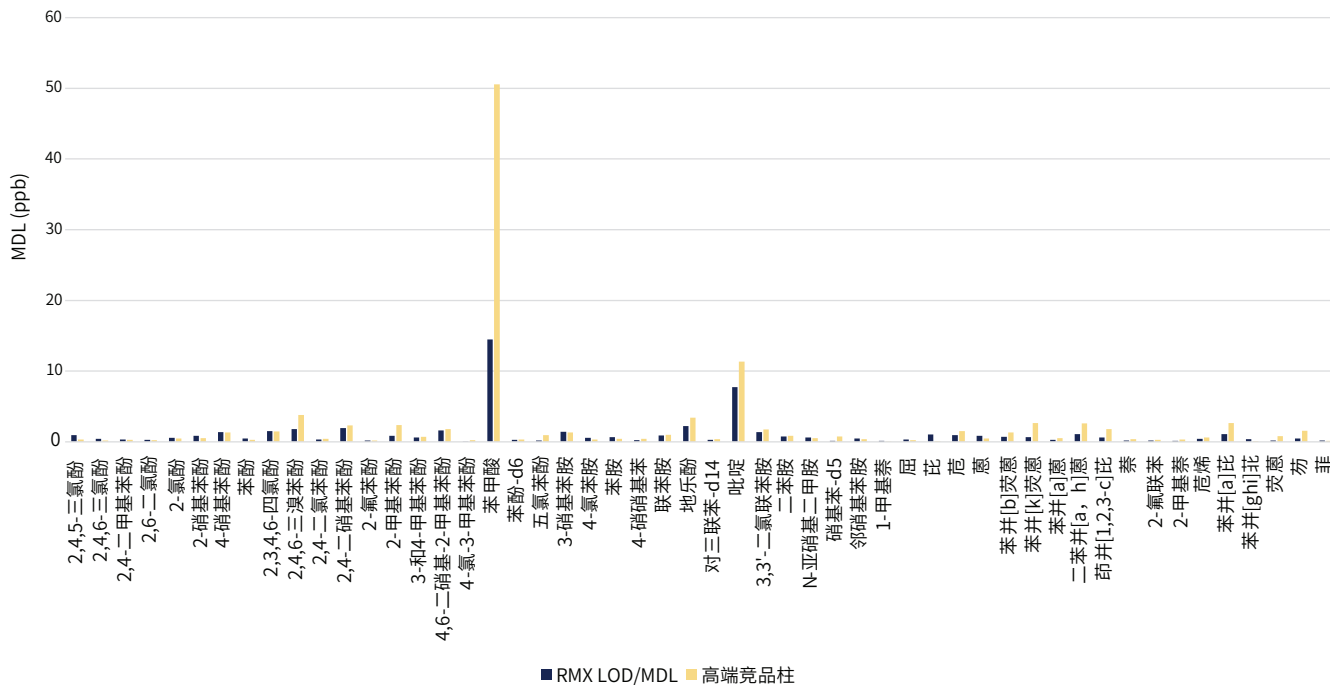
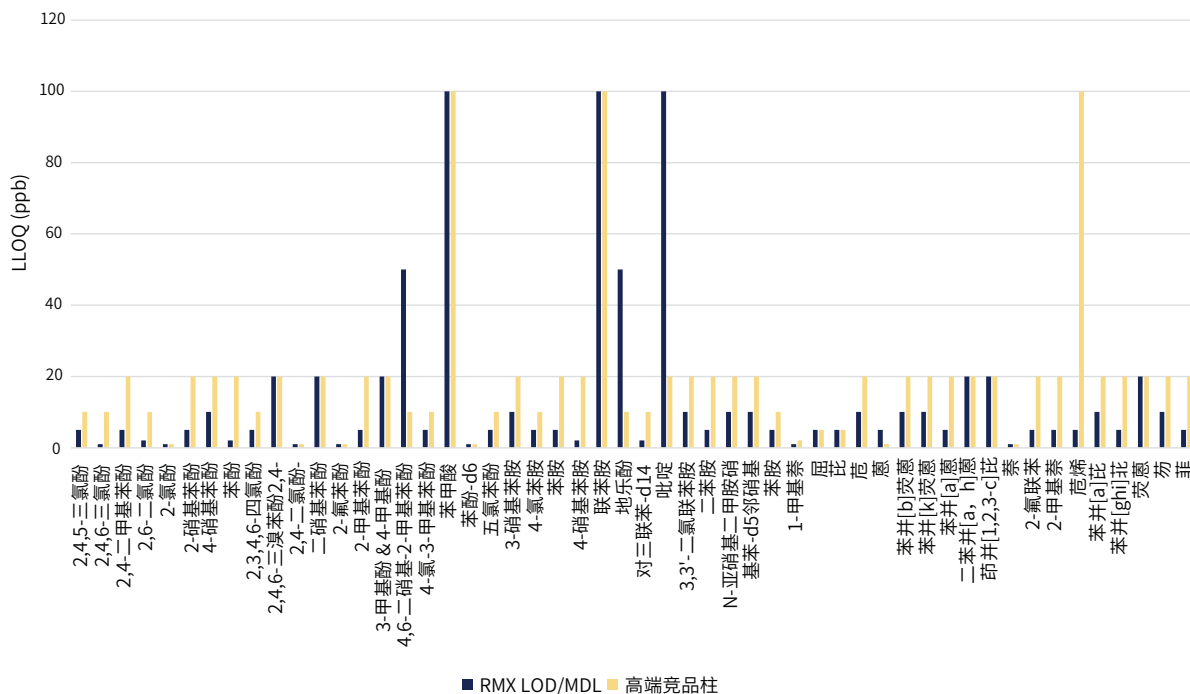


图 2：半挥发性化合物在 RMX-5SiI MS 色谱柱与高端竞品柱上的定量下限（LLOQ）比较（化合物按酸性、碱性及中性类别分组排列）



相关产品



RMX-5Sil MS GC 毛细柱

货号	产品名	规格
17323	RMX-5Sil MS GC 毛细柱, 30 m, 0.25 mm ID, 0.25 μ m	1个



Topaz 精准型衬管

货号	产品名	规格
23267	Topaz 精准型衬管, 4.0 mm x 6.3 x 78.5, 适用于 Thermo TRACE 1300/1310, 1600/1610 GCs w/SSL Inlets, 高级去活	5-pk.



Restek 电子检漏仪

货号	产品名	规格
28500	Restek 电子检漏仪 (包括便携箱; 通用交流电源适配器 (美国、英国、欧洲、澳大利亚、日本); 6 英尺 USB 充电线)	1个

您需要协助选型或报价吗?
欢迎联系我们!

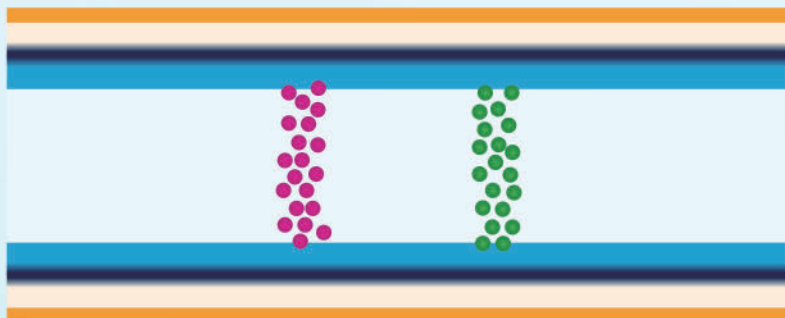


RMX 柱为何更加出色？

高效的 TriMax 钝化技术可保护分析物不与表面相互作用，改善各种化合物的峰形并提高灵敏度



TriMax 去活

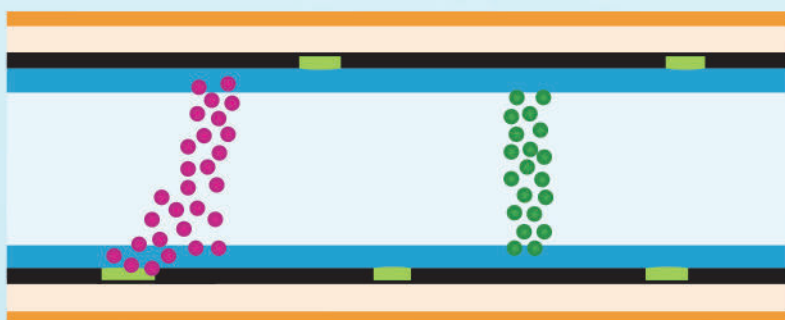


非活性



活性

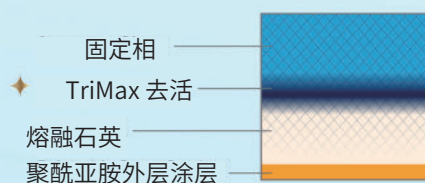
非 TriMax 去活



非活性



活性



- 非活性化合物：
烷烃、烯烃、炔烃等
- 活性化合物：
酸、碱、醇、酯、醚等
- 残留活性位点

了解更多有关
RMX 柱的信息！

