

Raggiungi limiti di rilevazione più bassi per i semivolatili

Migliora la sensibilità GC-MS/MS con le colonne RMX-5Sil MS altamente inerti.

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

Punti chiave

- La deattivazione TriMax della colonna, altamente efficace, produce un percorso di flusso del campione eccezionalmente inerte per composti acidi, basici e neutri.
- La massima inerzia si traduce in massima sensibilità per un'ampia gamma di semivolatili critici.
- Rispetto a una colonna concorrente di fascia premium, la colonna RMX-5Sil MS ha mostrato un MDL più basso per il 60% e un LLOQ più basso per il 63% dei 52 composti testati.

Abstract

In questo studio abbiamo esaminato l'impatto della deattivazione della colonna GC sulla riduzione dei limiti di rilevazione nell'analisi dei semivolatili con GC-MS/MS. Gli MDL e gli LLOQ ottenuti con una colonna RMX-5Sil MS sono risultati significativamente più bassi per circa due terzi dei composti testati rispetto ai risultati ottenuti con una colonna concorrente di fascia premium. È stata ottenuta una migliore sensibilità per un'ampia gamma di composti chimici grazie alla deattivazione più efficace impiegata nelle colonne RMX-5Sil MS.

Introduzione

La quantificazione accurata dei composti organici semivolatili a livello di tracce in matrici ambientali è fondamentale per valutare la contaminazione, la conformità normativa e i rischi per la salute umana ed ecologica. Grazie alla sua elevata selettività e sensibilità, la GC-MS/MS è una tecnica di riferimento per abbassare i limiti di rilevazione e quantificazione dei semivolatili. Una maggiore sensibilità consente ai laboratori di adottare metodi di preparazione del campione alternativi, che riducono i volumi di estrazione e, di conseguenza, l'uso di solventi clorurati. La sensibilità del metodo è in genere definita da due parametri chiave: il limite di rilevazione del metodo (MDL) e il limite inferiore di quantificazione (LLOQ). L'MDL rappresenta la concentrazione più bassa che può essere distinta dai risultati del bianco di metodo con un livello di confidenza del 99%. Al contrario, l'LLOQ definisce la concentrazione più bassa alla quale un laboratorio dimostra che un analita può essere quantificato accuratamente.

La riduzione di MDL e LLOQ nei metodi GC-MS/MS per i semivolatili richiede l'ottimizzazione di molteplici fattori, tra cui la preparazione del campione, le tecniche di iniezione, le condizioni cromatografiche e i parametri dello spettrometro di massa. Inoltre, l'inerzia del percorso di flusso del campione svolge un ruolo critico nella riduzione dei limiti di rilevazione e quantificazione per i semivolatili. I produttori di colonne GC utilizzano diversi processi di deattivazione per neutralizzare la superficie della colonna e prevenire interazioni che riducono la sensibilità, causando forme di picco instabili; tuttavia, le deattivazioni tradizionali tendono a funzionare meglio per alcune classi di composti rispetto ad altre. Restek ha sviluppato una deattivazione TriMax di nuova generazione, utilizzata su tutte le colonne RMX, che crea una superficie eccezionalmente inerte ed efficace su un'ampia gamma di classi di composti chimici semivolatili.

Questo studio confronta i limiti di rilevazione e quantificazione ottenibili con una colonna RMX-5Sil MS rispetto alla colonna premium di un altro produttore, valutando i livelli di MDL e LLOQ. Gli esperimenti sono stati condotti utilizzando standard in solvente invece della matrice, così da valutare specificamente le prestazioni della colonna senza l'impatto della manipolazione del campione e dell'estrazione.



Prodotti correlati

- Colonna RMX-5Sil MS da 30 m, ID 0,25 mm, 0,25 μ m (n° cat. 17323)
- Topaz Precision liner per iniettore, 4 mm, con lana (n° cat. 23267)
- Leak detector elettronico Restek (n° cat. 28500)
- Miscela di calibrazione 8270 n° 1 (n° cat. 31618)
- Miscela di calibrazione 8270 n° 2 (n° cat. 31619)
- Miscela di calibrazione 8270 n° 5 (n° cat. 31995)
- Miscela di surrogati acidi (SOW 4/89) (n° cat. 31025)
- Miscela di surrogati neutri basici (SOW 4/89) (n° cat. 31886)
- Miscela di standard interni SV, revisionata (n° cat. 31886)
- Miscela di tuning GC-MS (n° cat. 31615)

Studio sperimentale

Preparazione degli standard e dei campioni

Gli standard di calibrazione sono stati preparati in diclorometano a 0,5, 1, 2, 5, 10, 20, 50, 100, 200, 500, 1000, 2000 e 5000 ppb. Per entrambe le colonne, le curve di calibrazione sono state eseguite il giorno 1 insieme a iniezioni in triplicato degli standard 0,5–100 ppb. L'intervallo lineare della curva di calibrazione è stato determinato per ciascun semivolatile in base alla risposta del composto. Nei giorni 2 e 3 sono stati preparati standard freschi 0,5–100 ppb, iniettati in triplicato e utilizzati per determinare i valori di MDL e LLOQ per ciascun semivolatile su ciascuna colonna.

Condizioni strumentali

I campioni sono stati analizzati su una colonna RMX-5Sil MS e una colonna concorrente di fascia premium, entrambe nel formato da 30 m, ID 0,25 mm, 0,25 µm. 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.

Volume di iniezione: 1 µL

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

Porta di iniezione: 280 °C; split 10:1; 1,2 mL/min.

Carrier gas: elio

Forno: 40 °C (mantenimento 1 min) fino a 280 °C a 12 °C/min fino a 310 °C a 3 °C/min

Detector: MS/MS; modalità SRM; temperatura della linea di trasferimento 280 °C; sorgente 330 °C (vedere il cromatogramma per le transizioni SRM)

Valutazione della qualità dei dati

Gli MDL sono stati calcolati per ciascun composto su ciascuna colonna moltiplicando la deviazione standard del valore ricalcolato del suo punto di calibrazione più basso per $t = 2,896$ ($n = 9$). L'LLOQ è stato determinato sugli stessi campioni ed è stato definito come il punto di calibrazione più basso con un recupero compreso tra l'80 e il 120% (oppure la % di recupero disponibile più prossima) per ciascun semivolatile su ciascuna colonna.

Risultati e discussione

L'MDL è risultato più basso sulla colonna RMX-5Sil MS per il 60% (31/52) dei composti valutati (Tabella I, Figura 1). Analogamente, l'LLOQ è risultato più basso sulla colonna RMX-5Sil MS per il 63% (33/52) degli analiti target (Tabella I, Figura 2). I risultati individuali per ciascun composto sono riportati nella Tabella II. Valori di MDL e LLOQ più bassi indicano che sulla colonna RMX-5Sil MS è possibile ottenere una migliore sensibilità, attribuibile alla maggiore inerzia garantita dalla nuova tecnologia di deattivazione della superficie di Restek. In particolare, utilizzando la colonna RMX-5Sil MS sono stati ottenuti limiti di rilevazione più bassi per un'ampia gamma di classi di composti, inclusi semivolatili acidi, basici e neutri.

Tabella I: Nel complesso, le colonne RMX-5Sil MS, altamente inerti, hanno prodotto LLOQ e MDL più bassi per un numero maggiore di composti rispetto alla colonna concorrente di fascia premium, consentendo limiti di rilevazione inferiori nell'analisi dei semivolatili.

Colonna	LLOQ (ppb)				MDL (ppb)			
	Media	Minimo	Massimo	La RMX-5Sil offre le prestazioni migliori	Media	Minimo	Massimo	La RMX-5Sil offre le prestazioni migliori
RMX-5Sil MS	14	1	100	33/52 composti (63%)	1	0,1	14	31/52 composti (60%)
Colonna concorrente premium	19	1	100		2	0,1	51	

Hai bisogno di aiuto per scegliere applicazioni o prodotti?

Contatta il servizio tecnico



Tabella II: Risultati di LOD e MDL per i singoli semivolatili (il colore oro evidenzia le prestazioni superiori della colonna RMX-5Sil MS).

Composto	RMX-5Sil MS		Colonna concorrente premium	
	LLOQ	MDL	LLOQ	MDL
Acenaphthylene	5	0.42	100	0.60
Phenol	2	0.45	20	0.27
4-Nitroaniline	2	0.22	20	0.43
2,4-Dimethylphenol	5	0.33	20	0.30
2-Nitrophenol	5	0.84	20	0.51
2-Methylphenol	5	0.84	20	2.37
Aniline	5	0.67	20	0.43
Diphenylamine	5	0.74	20	0.85
Benz[a]anthracene	5	0.29	20	0.49
2-Fluorobiphenyl	5	0.20	20	0.30
2-Methylnaphthalene	5	0.15	20	0.32
Benzo[ghi]perylene	5	0.39	20	0.08
Phenanthrene	5	0.19	20	0.15
4-Nitrophenol	10	1.38	20	1.31
3-Nitroaniline	10	1.40	20	1.33
3,3'-Dichlorobenzidine	10	1.37	20	1.76
N-Nitrosodimethylamine	10	0.63	20	0.53
Nitrobenzene-d5	10	0.13	20	0.74
Acenaphthene	10	0.93	20	1.53
Benzo[b]fluoranthene	10	0.71	20	1.31
Benzo[k]fluoranthene	10	0.67	20	2.65
Benzo[a]pyrene	10	1.08	20	2.63
Fluorene	10	0.48	20	1.54
2,4,6-Trichlorophenol	1	0.40	10	0.16
2,6-Dichlorophenol	2	0.30	10	0.21
p-Terphenyl-d14	2	0.30	10	0.36
2,4,5-Trichlorophenol	5	0.92	10	0.33

Composto	RMX-5Sil MS		Colonna concorrente premium	
	LLOQ	MDL	LLOQ	MDL
2,3,4,6-Tetrachlorophenol	5	1.52	10	1.48
4-Chloro-3-methylphenol	5	0.06	10	0.21
Pentachlorophenol	5	0.18	10	0.93
4-Chloroaniline	5	0.55	10	0.32
o-Nitroaniline	5	0.49	10	0.36
1-Methylnaphthalene	1	0.13	2	0.05
2-Chlorophenol	1	0.55	1	0.47
2,4,6-Tribromophenol	20	1.79	20	3.79
2,4-Dichlorophenol	1	0.32	1	0.41
2,4-Dinitrophenol	20	1.94	20	2.34
2-Fluorophenol	1	0.20	1	0.20
3- and 4-Methylphenol	20	0.59	20	0.69
Benzoic acid	100	14.47	100	50.54
Phenol-d6	1	0.29	1	0.32
Benzidine	100	0.89	100	0.97
Chrysene	5	0.30	5	0.23
Pyrene	5	1.03	5	0.10
Dibenz[a,h]anthracene	20	1.06	20	2.58
Indeno[1,2,3-cd]pyrene	20	0.59	20	1.81
Naphthalene	1	0.18	1	0.35
Fluoranthene	20	0.16	20	0.80
Anthracene	5	0.86	1	0.45
4,6-Dinitro-2-methylphenol	50	1.59	10	1.80
Dinoseb	50	2.23	10	3.39
Pyridine	100	7.73	20	11.33

Figura 1: Confronto dell'MDL dei semivolatili su una colonna RMX-5Sil MS rispetto a una colonna concorrente di fascia premium (i composti sono ordinati per gruppi di composti acidi, basici e neutri).

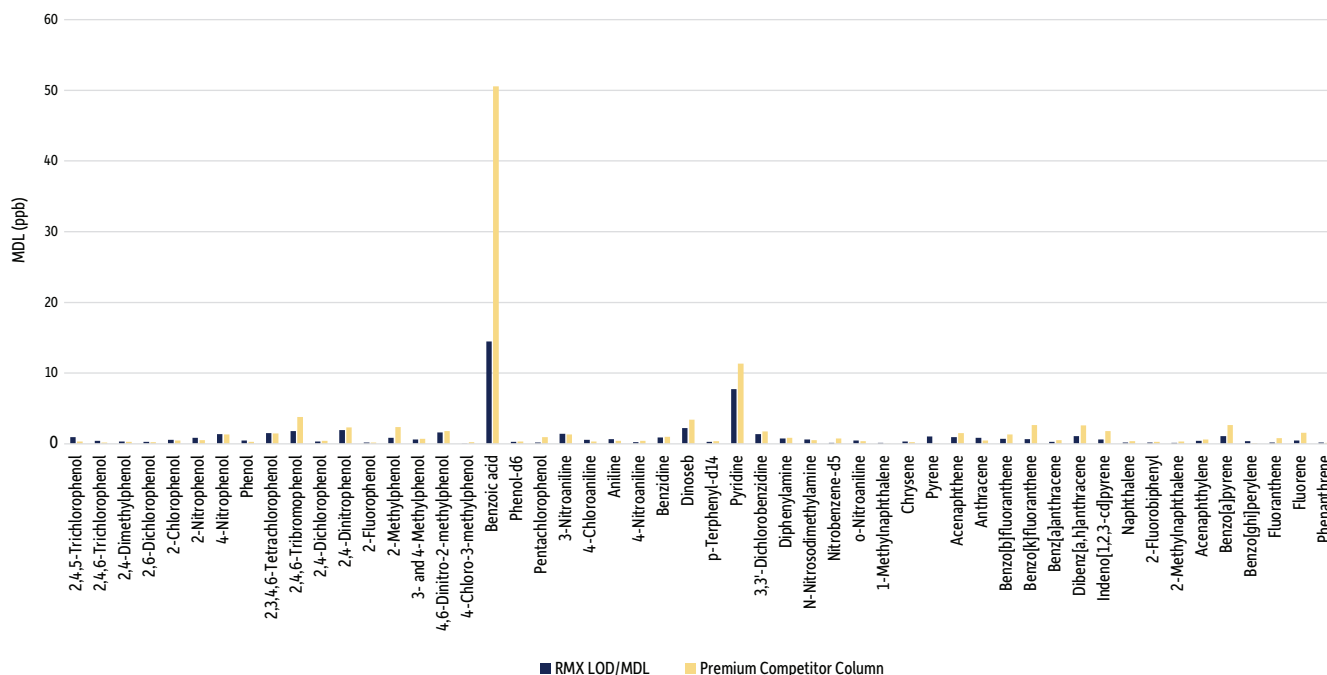
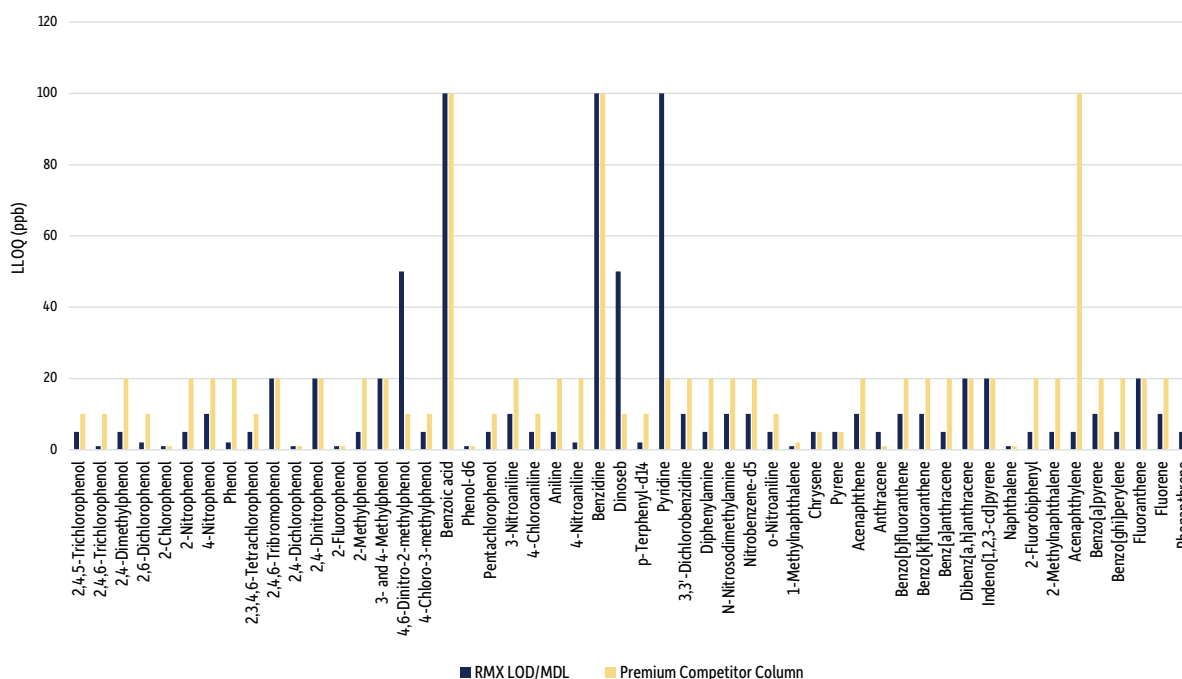


Figura 2: Confronto dell'LLOQ dei semivolatili su una colonna RMX-5Sil MS rispetto a una colonna concorrente di fascia premium (i composti sono ordinati per gruppi di composti acidi, basici e neutri).



Conclusioni

Un percorso di flusso del campione inerte consente di ottenere limiti di rilevazione più bassi per i semivolatili, massimizzando l'elevata sensibilità ottenibile con strumenti GC-MS/MS. I risultati presentati in questo studio mostrano che le colonne RMX-5Sil MS, eccezionalmente inerti, offrono una sensibilità maggiore rispetto a una colonna concorrente di fascia premium. Le valutazioni di MDL e LLOQ hanno mostrato che sulla colonna RMX-5Sil MS è possibile ottenere limiti di rilevazione e quantificazione più bassi per un'ampia gamma di composti chimici.

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.



Topaz Precision liner per iniettore

N° catalogo	Nome prodotto	Unità
23267	Topaz Precision liner per iniettore, 4,0 mm x 6,3 x 78,5, per GC Thermo TRACE 1300/1310 e 1600/1610 con iniettori SSL, lana di quarzo, 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.



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!





Miscela di calibrazione 8270 n° 1

2000 µg/mL, diclorometano, 1 mL/ampolla

N° catalogo	Contiene	Unità
31618	Benzoic acid (65-85-0)	2-Methylphenol (o-cresol) (95-48-7)
	4-Chloro-3-methylphenol (59-50-7)	3-Methylphenol (m-cresol) (108-39-4)
	2-Chlorophenol (95-57-8)	4-Methylphenol (p-cresol) (106-44-5)
	2,4-Dichlorophenol (120-83-2)	2-Nitrophenol (88-75-5)
	2,6-Dichlorophenol (87-65-0)	4-Nitrophenol (100-02-7)
	2,4-Dimethylphenol (105-67-9)	Pentachlorophenol (87-86-5)
	4,6-Dinitro-2-methylphenol (Dinitro-o-cresol) (534-52-1)	Phenol (108-95-2)
	2,4-Dinitrophenol (51-28-5)	2,3,4,6-Tetrachlorophenol (58-90-2)
	Dinoseb (88-85-7)	2,4,5-Trichlorophenol (95-95-4)
	2,4,6-Trichlorophenol (88-06-2)	cad.

Miscela di calibrazione 8270 n° 2

2000 µg/mL, diclorometano:metanolo (85:15), 1 mL/ampolla

N° catalogo	Contiene	Unità
31619	Aniline (62-53-3)	3-Nitroaniline (99-09-2)
	Benzidine (92-87-5)	4-Nitroaniline (100-01-6)
	4-Chloroaniline (106-47-8)	N-Nitrosodimethylamine (62-75-9)
	3,3'-Dichlorobenzidine (91-94-1)	N-Nitroso-di-n-propylamine (621-64-7)
	Diphenylamine (122-39-4)*	Pyridine (110-86-1)
	2-Nitroaniline (88-74-4)	

*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.

Miscela di calibrazione 8270 n° 5

2000 µg/mL, diclorometano, 1 mL/ampolla

N° catalogo	Contiene	Unità	
31995	Acenaphthene (83-32-9)	Dibenz[a,h]anthracene (53-70-3)	cad.
	Acenaphthylene (208-96-8)	Fluoranthene (206-44-0)	
	Anthracene (120-12-7)	Fluorene (86-73-7)	
	Benz[a]anthracene (56-55-3)	Indeno[1,2,3-cd]pyrene (193-39-5)	
	Benzo[a]pyrene (50-32-8)	1-Methylnaphthalene (90-12-0)	
	Benzo[b]fluoranthene (205-99-2)	2-Methylnaphthalene (91-57-6)	
	Benzo[g,h,i]perylene (191-24-2)	Naphthalene (91-20-3)	
	Benzo[k]fluoranthene (207-08-9)	Phenanthrene (85-01-8)	
	Chrysene (218-01-9)	Pyrene (129-00-0)	

Desideri assistenza per preventivi,
acquisti e altro?

Contattaci!



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.
	Chrysene-d12 (1719-03-5)	
	1,4-Dichlorobenzene-d4 (3855-82-1)	
	1,4-Dioxane-d8 (17647-74-4)	
	Naphthalene-d8 (1146-65-2)	
	Perylene-d12 (1520-96-3)	
	Phenanthrene-d10 (1517-22-2)	

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)	

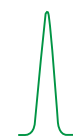
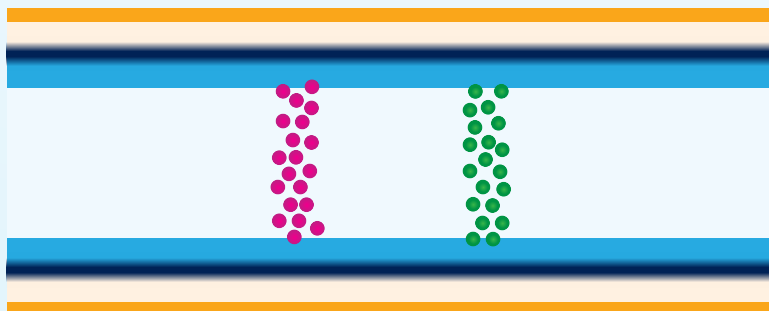


Cosa Rende Migliori le Colonne GC RMX?

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

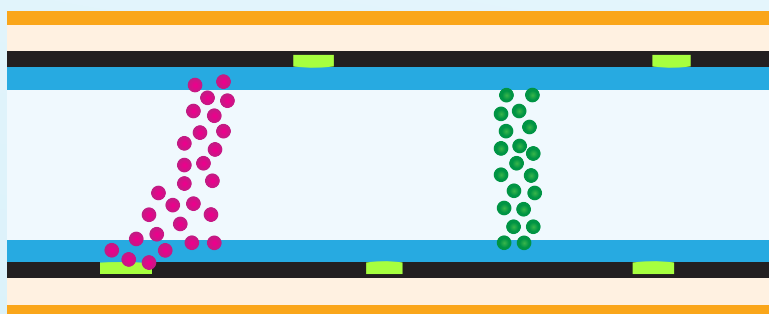


Inattivi



Attivi

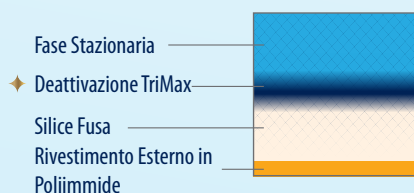
Deattivazione Non-TriMax



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!

