



Rtx-Wax: Eine robuste und zuverlässige Wahl für die Analyse von Glykolen in Wasser

Von Corby Hilliard und Chris English

- Robust genug, um wiederholten wässrigen Injektionen zu widerstehen.
- Peaks behalten selbst nach 600 wässrigen Injektionen ihre symmetrische Form.
- Extrem niedriges Bluten ermöglicht den genauen Nachweis von Glykolen bis herab auf 0.5 ng.

Einführung

Glykole sind gängige Industriechemikalien, die z. B. zur Enteisung von Flugzeugen und Start- und Landebahnen oder auch beim Hydraulic Fracturing verwendet werden; Chemie- und Umweltlabors untersuchen deshalb Proben oft auf die Anwesenheit dieser Stoffe. Die am häufigsten verwendete Technik der Probenzufuhr – direkte wässrige Injektion – stellt jedoch erhebliche Anforderungen an die analytische Säule und den Liner des Injektionsports. Die für wässrige Injektionen bevorzugten Säulen verwenden stationäre Phasen aus Polyethylenglykol (PEG). PEG-Phasen bieten eine besondere Selektivität, und ihr polares Verhalten ist mit wässrigen Injektionen kompatibel. Eine Auswertung der Response von Ethylenglykol (EG) und Propylenglykol (PG) auf PEG-Säulen verschiedener Anbieter wurde unter optimierten Bedingungen durchgeführt und wird hier präsentiert.

Benchmarking

Drei unterschiedliche Säulen wurden im Rahmen dieser Untersuchung auf Linearität, Lebensdauer und Bluten ausgewertet, wobei eine Methode mit Split-Injektion unter den in den Chromatogrammen angegebenen Bedingungen verwendet wurde. Diese optimierte Methode mit Split-Injektion ist im Anwendungshinweis EVAN2873, der bei www.restek.com erhältlich ist, ausführlicher beschrieben.

- Restek Säulen
 - Rtx-Wax (Art.-Nr. 12455)
- Nicht-Restek Säulen
 - Säule A
 - Säule B

Alle in dieser Untersuchung zur Analyse von Glykolen in Wasser verwendeten Säulen waren neu und hatten ein Format von 30 m x 0.53 mm x 1.0 µm. Sie wurden alle eine Stunde lang bei der angegebenen Maximaltemperatur konditioniert.

Ergebnisse

Die Ergebnisse der Benchmarking-Studie für die Analyse von Glykolen in Wasser sind in Tabelle I zusammengefasst und werden nachstehend ausführlich erörtert.

Tabelle I: Ergebnisse der Säulen- Benchmarking-Studie

Säulen	LEBENDAUER			LINEARITÄT		BLUTEN FID-Response (pA) bei 240 °C	
	Anzahl durchlaufender Injektionen*	Peaksymmetrie (Letzte Injektion)		Letzter r^2			
		EG	PG	EG	PG		
	600	0.99	0.92	0.9999	0.9999	29	
Säule A	<i>Untere Kalibriergrenzen wurden nicht erreicht; deshalb wurden keine Lebensdauerstudien durchgeführt.</i>					53	
Säule B	<i>Untere Kalibriergrenzen wurden nicht erreicht; deshalb wurden keine Lebensdauerstudien durchgeführt.</i>					60	

*Das Experiment war ausgelegt, die Anzahl der durchlaufenden Injektionen bis zu 600 Injektionen zu bestimmen, woraufhin das Experiment beendet wurde. Durchlaufende Injektionen wurden definiert als Injektionen mit ChemStation Symmetriewerten >0.5. Alle Injektionen waren 1 ng „on-column“.

Linearität

Für jede Säule wurde eine anfängliche Kalibrierkurve von 0.5 ng bis 100 ng ‚on-column‘ erstellt, um einen geeigneten Linearitätsbereich für die Analyse von Glykolen in Wasser festzulegen und die Peakform bei unterschiedlichen Konzentrationen auszuwerten. Die niedrigsten Konzentrationen der Kalibrierkurve, 0.5 und 1.0 ng ‚on-column‘, wurden auf den Säulen A und B unserer Mitbewerber nicht nachgewiesen, weil das Säulenbluten zu hoch war, um EG und PG bei diesen Konzentrationen zu beobachten. Aufgrund dieser Ergebnisse wurden die Säulen A und B von der anschließenden Lebensdaueruntersuchung ausgeschlossen.

Im Gegensatz dazu zeigte die Rtx-Wax Säule sowohl für EG als auch PG (Abbildungen 1 und 2) ausgezeichnete Linearität. Selbst nach den harten Bedingungen von 600 splitlosen wässrigen Injektionen, die verwendet wurden, um die potenziell säulenschädigenden Wirkungen des Wassers zu verstärken, würde die Rtx-Wax Säule einen Kalibriercheck ohne weiteres bestehen. Die hohe Response für EG und PG bei niedrigen Konzentrationen, eine Funktion der niedrigblutenden Performance der Säule, ist einer der Faktoren, der für die gute Linearität über den gesamten Kalibrierbereich verantwortlich ist.

Abbildung 1: Auf einer Rtx-Wax Säule analysiertes Propylenglykol (0.5–100 ng ‚on-column‘) zeigte selbst nach 600 wässrigen Injektionen ein lineares Responseverhalten.

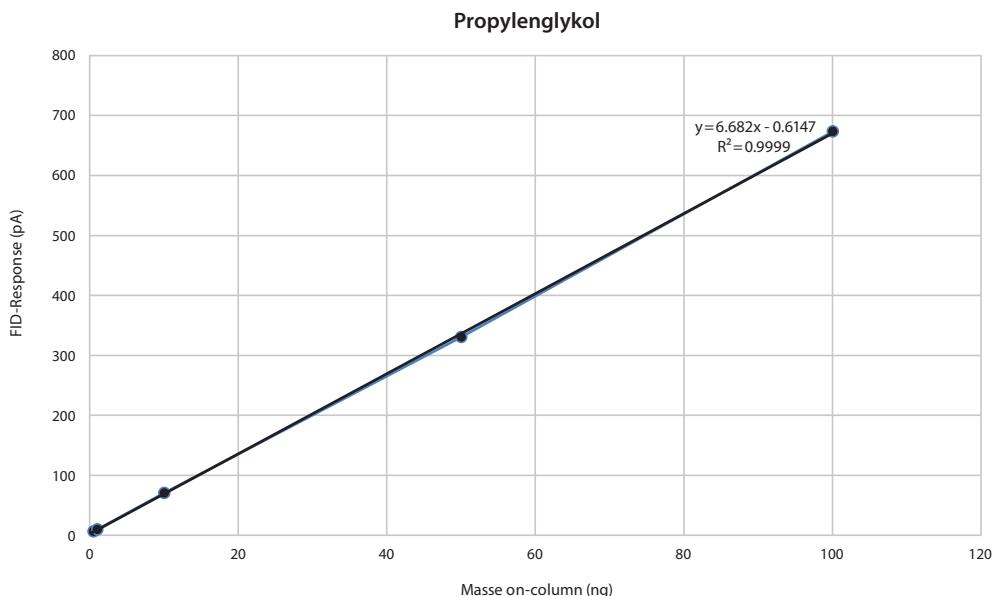
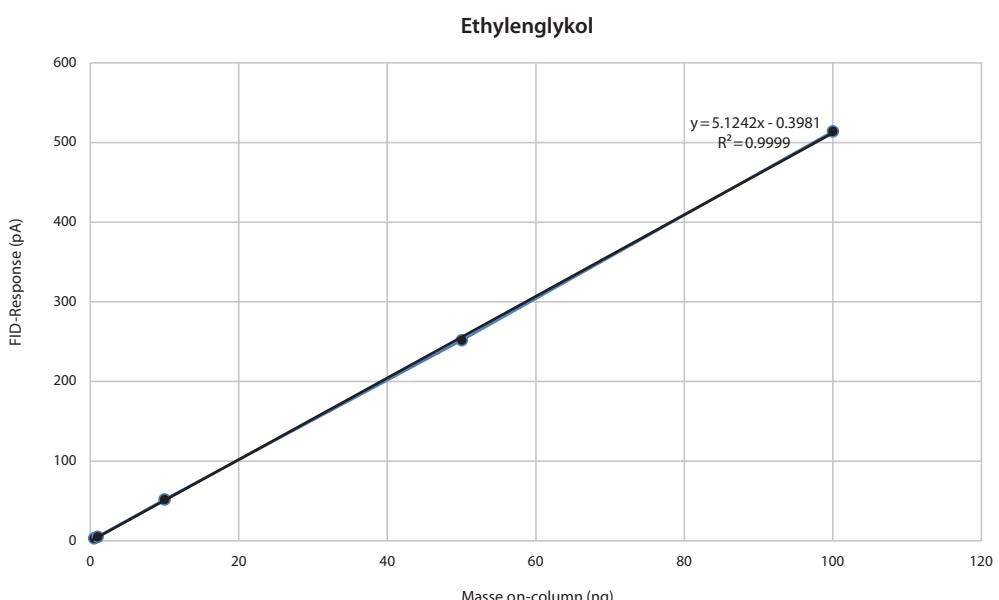


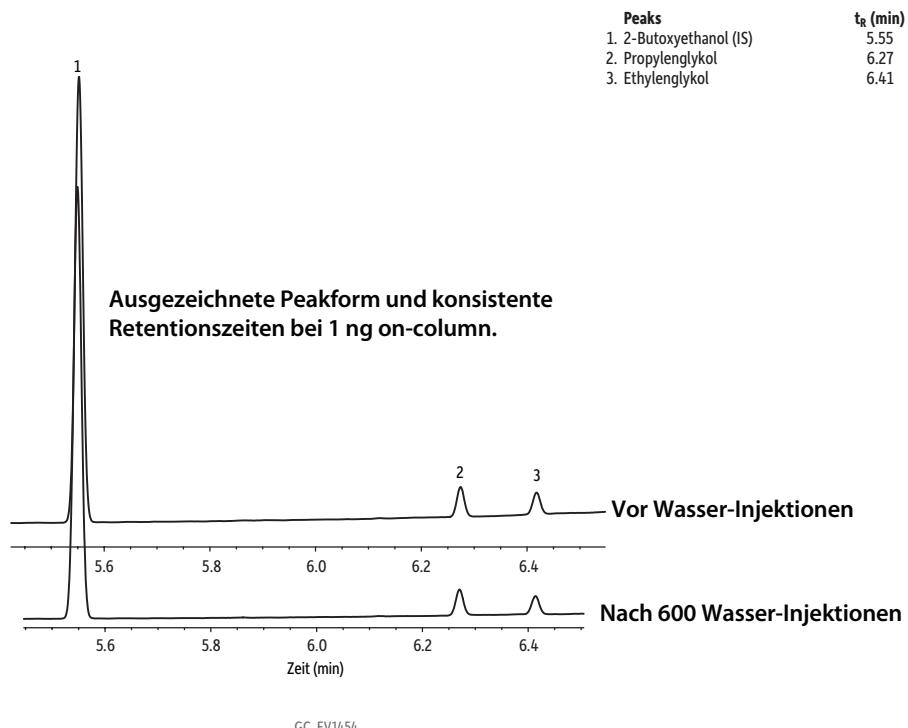
Abbildung 2: Auf einer Rtx-Wax Säule analysiertes Ethylen glykol (0.5–100 ng ‚on-column‘) zeigte selbst nach 600 wässrigen Injektionen ein lineares Responseverhalten.



Lebensdauer

Für die Rtx-Wax Säule bestand die Lebensdauerstudie aus zehn 1 μ L splitlosen Wasserinjektionen, gefolgt von einer 50:1 Split-Injektion eines Glykolstandards von 1 ng ,on-column'. Das Experiment wurde wiederholt, bis die Peaksymmetrie unter 0.5 abfiel (Werte wurden mithilfe der ChemStation-Software bestimmt) oder bis 600 Injektionen erreicht wurden, je nachdem, was zuerst eintraf. Wie in Abbildung 3 gezeigt, behielt die Rtx-Wax Säule selbst nach 600 Injektionen eine ausgezeichnete Peakform. Eine Rtx-Wax Säule wurde in einer erweiterten Lebensdauerstudie sogar 1600 Injektionen ausgesetzt und zeigte am Ende des Experiments immer noch Symmetriewerte über 0.9.

Abbildung 3: Peakformen und Retentionszeiten für Propylenglykol und Ethylenglykol auf einer Rtx-Wax Säule sind praktisch identisch, selbst nachdem die Säule 600 Wasserinjektionen ausgesetzt wurde.

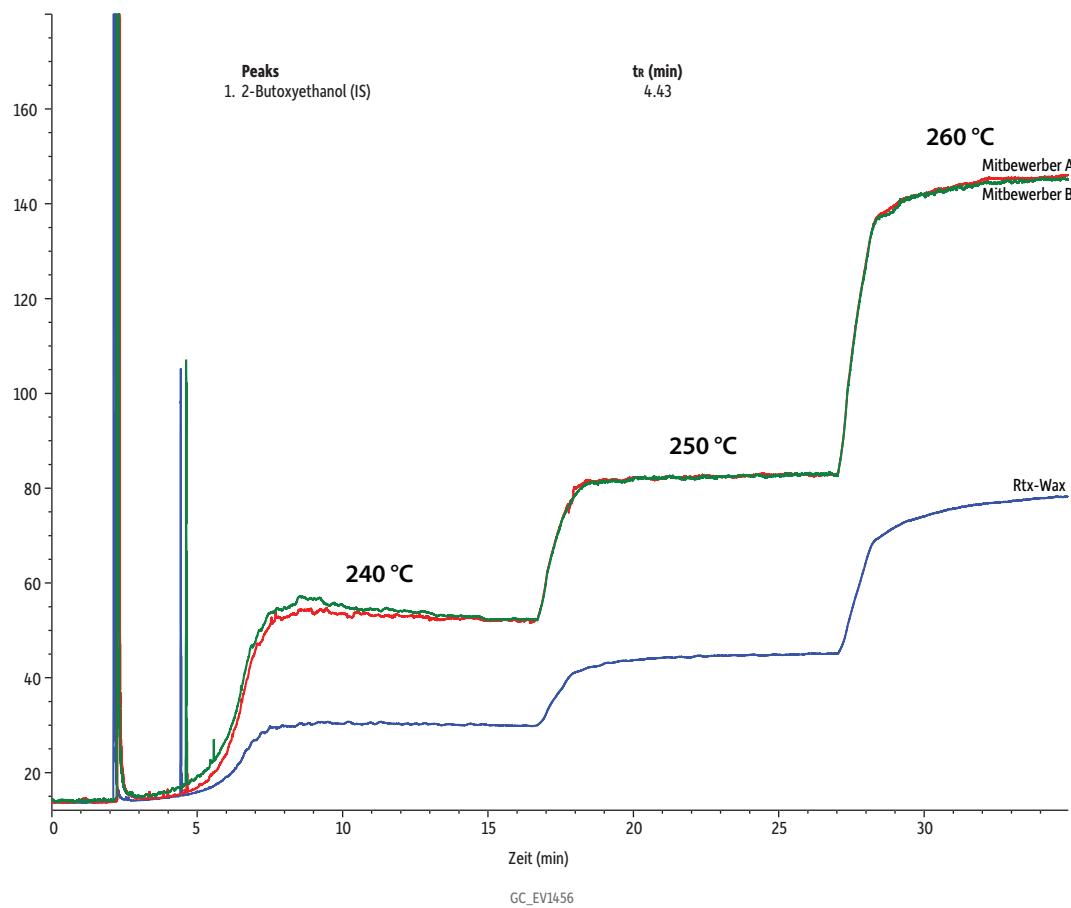


Säule	Rtx-Wax, 30 m, 0.53 mm ID, 1.00 μ m (Art.-Nr. 12455)
Probe	Standard für Glykole (Art.-Nr. 30471)
Lösungsmittel:	2-Butoxyethanol
Konz.:	Wasser:Methanol (90:10)
Injektion	50 μ g/mL (1ng ,on-column')
Inj. Vol.:	1 μ L Splitinjektion (Splitverhältnis 50:1)
Liner:	Premium 4 mm Precision Inlet Liner
Inj. Temp.:	m. Glaswolle (Art.-Nr. 23305.1)
Ofen	250 °C
Ofentemperatur:	40 °C (1 min) auf 250 °C mit 30 °C/min
Trägergas	He, konstanter Fluss
Flussrate:	5.7 mL/min
Lineargeschwindigkeit:	40 cm/sec
Detektor	FID bei 250 °C
Make-up-Gas-Flussrate:	45 mL/min
Make-up-Gas-Typ:	N ₂
Wasserstofffluss:	40 mL/min
Luftfluss:	450 mL/min
Datenrate:	20 Hz
Gerät	Agilent/HP6890 GC

Bluten

Der letzte Test in unserer Auswertung von PEG-Säulen für die Analyse von Glykolen in Wasser war ein Versuch zum Säulenbluten. Alle drei Säulen wurden auf eine Endtemperatur von 240 °C hochgefahren, was die allgemein erreichbare Höchsttemperatur für die getesteten Säulen war. Die abschließenden Blutungsmessungen zeigten, dass Rtx-Wax das niedrigste Bluten aufwies (Tabelle I, Abbildung 4). Für Rtx-Wax ist die Höchsttemperatur jedoch höher (250 °C), so dass es mit Zuversicht verwendet werden kann, wenn höhere Temperaturen erforderlich sind. Niedriges Säulenbluten ermöglicht bessere Empfindlichkeit bei niedrigen Analytkonzentrationen.

Abbildung 4: Die Rtx-Wax Säule zeigt das niedrigste Bluten unter den getesteten Säulen, selbst bei Temperaturen über den empfohlenen Höchstwerten (240 °C für Säulen der Mitbewerber, 250 °C für die Rtx-Wax Säule).



Säule	Rtx-Wax, 30 m, 0.53 mm ID, 1.00 µm (Art.-Nr. 12455)
Probe	2-Butoxyethanol
Lösungsmittel:	Wasser: Methanol (90:10)
Konz.:	200 µg/mL (10 ng „on-column“)
Injektion	
Inj. Vol.:	1 µL Splitinjektion (Splitverhältnis 20:1)
Liner:	Premium 4.0 mm Precision Inlet Liner
	m. Glaswolle (Art.-Nr. 23305.1)
Inj. Temp.:	240 °C
Ofen	
Ofentemperatur:	40 °C auf 240 °C mit 30 °C/min (10 min) auf 250 °C mit 30 °C/min (10 min) auf 260 °C mit 30 °C/min (10 min)
Trägergas	He, konstanter Fluss
Lineargeschwindigkeit:	40 cm/sec
Detektor	FID bei 240 °C
Make-up-Gas-Flussrate:	45 mL/min
Make-up-Gas-Typ:	N ₂
Wasserstofffluss:	40 mL/min
Luftfluss:	450 mL/min
Datenrate:	20 Hz
Gerät	Agilent/HP6890 GC
Anmerkungen	Alle Säulendimensionen: 30 m, 0.53 mm ID, 1.00 µm

Schlussfolgerung

Von den in dieser Studie ausgewerteten Säulen auf Polyethylenglykol-Basis zeigte die Rtx-Wax Säule die beste Performance in Bezug auf Linearität, Lebensdauer und Bluten und zeigte selbst nach den aggressiven Bedingungen von 600 wässrigen Injektionen dieselbe Leistung wie bei der ersten Injektion. Rtx-Wax ist eine robuste und zuverlässige Lösung für die Analyse von Glykolen in Wasser.

Rtx-Wax Säulen (Fused Silica) polare Phase; Quervernetztes Polyethylenglykol

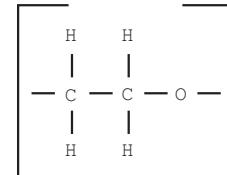
- Beste Polyethylenglykol (PEG)-Phase für Alkenole, Glykole und Aldehyde.
- Temperaturbereich: 20 °C bis 250 °C.
- Vergleichbar mit USP-Phasen G14, G15, G16, G20 und G39.

Beschreibung	Temperaturbereich	VE	Art.-Nr.
Rtx-Wax 20 m, 0.10 mm ID, 0.10 µm	20 bis 250 °C	1	41602
Rtx-Wax 10 m, 0.10 mm ID, 0.20 µm	20 bis 250 °C	1	41603
Rtx-Wax 20 m, 0.10 mm ID, 0.20 µm	20 bis 250 °C	1	41604
Rtx-Wax 15 m, 0.25 mm ID, 0.25 µm	20 bis 250 °C	1	12420
Rtx-Wax 30 m, 0.25 mm ID, 0.25 µm	20 bis 250 °C	1	12423
Rtx-Wax 60 m, 0.25 mm ID, 0.25 µm	20 bis 250 °C	1	12426
Rtx-Wax 15 m, 0.25 mm ID, 0.50 µm	20 bis 250 °C	1	12435
Rtx-Wax 30 m, 0.25 mm ID, 0.50 µm	20 bis 250 °C	1	12438
Rtx-Wax 60 m, 0.25 mm ID, 0.50 µm	20 bis 250 °C	1	12441
Rtx-Wax 30 m, 0.32 mm ID, 0.25 µm	20 bis 250 °C	1	12424
Rtx-Wax 60 m, 0.32 mm ID, 0.25 µm	20 bis 250 °C	1	12427
Rtx-Wax 15 m, 0.325 mm ID, 0.50 µm	20 bis 250 °C	1	12436
Rtx-Wax 30 m, 0.32 mm ID, 0.50 µm	20 bis 250 °C	1	12439
Rtx-Wax 60 m, 0.32 mm ID, 0.50 µm	20 bis 250 °C	1	12442
Rtx-Wax 15 m, 0.32 mm ID, 1.00 µm	20 bis 240/250 °C	1	12451
Rtx-Wax 30 m, 0.32 mm ID, 1.00 µm	20 bis 240/250 °C	1	12454
Rtx-Wax 60 m, 0.32 mm ID, 1.00 µm	20 bis 240/250 °C	1	12457
Rtx-Wax 30 m, 0.53 mm ID, 0.25 µm	20 bis 250 °C	1	12425
Rtx-Wax 30 m, 0.53 mm ID, 0.50 µm	20 bis 250 °C	1	12440
Rtx-Wax 15 m, 0.53 mm ID, 1.00 µm	20 bis 240/250 °C	1	12452
Rtx-Wax 30 m, 0.53 mm ID, 1.00 µm	20 bis 240/250 °C	1	12455
Rtx-Wax 60 m, 0.53 mm ID, 1.00 µm	20 bis 240/250 °C	1	12458



vergleichbare Phasen

DB-Wax, CP-Wax 52 CB, ZB-Wax



Standard für Glykole (2 Komponenten)

Zertifizierte Referenzmaterialien (CRM, Certified Reference Materials), hergestellt und QK-geprüft in ISO-akkreditierten Laboratorien erfüllen Ihre ISO-Anforderungen.

Ethylenglykol (107-21-1)
Propylenglykol (57-55-6)

50.000 µg/mL in DI-Wasser, 1 mL/Ampulle

Art.-Nr. 30471 (1)



Topaz 4.0 mm ID Precision Inlet Liner m. Glaswolle für Agilent GC mit Split/Splitlos-Injektoren

ID x OD x Länge	VE	Art.-Nr.
Precision, Premium Deaktivierung, Borsilikatglas mit Quarzwolle Ähnlich wie: Agilent 210-4004-5		
4.0 mm x 6.3 mm x 78.5 mm	5er Pck.	23305

Haben Sie Fragen?

Bitte kontaktieren Sie uns telefonisch unter 06172 2797-0 oder per E-Mail an info.de@restek.com!

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.

© 2019 Restek Corporation. Alle Rechte vorbehalten.

www.restek.com

Sie möchten keine weiteren Informationen von Restek erhalten? Bitte informieren Sie uns kurz. Telefon: 06172 2797-0, Email: info.de@restek.com



Lit. Art.-Nr. EVAR3086-DE