



Applicazione descritta: Analisi rapida dei PAH in tracce con il GC Accelerator Kit

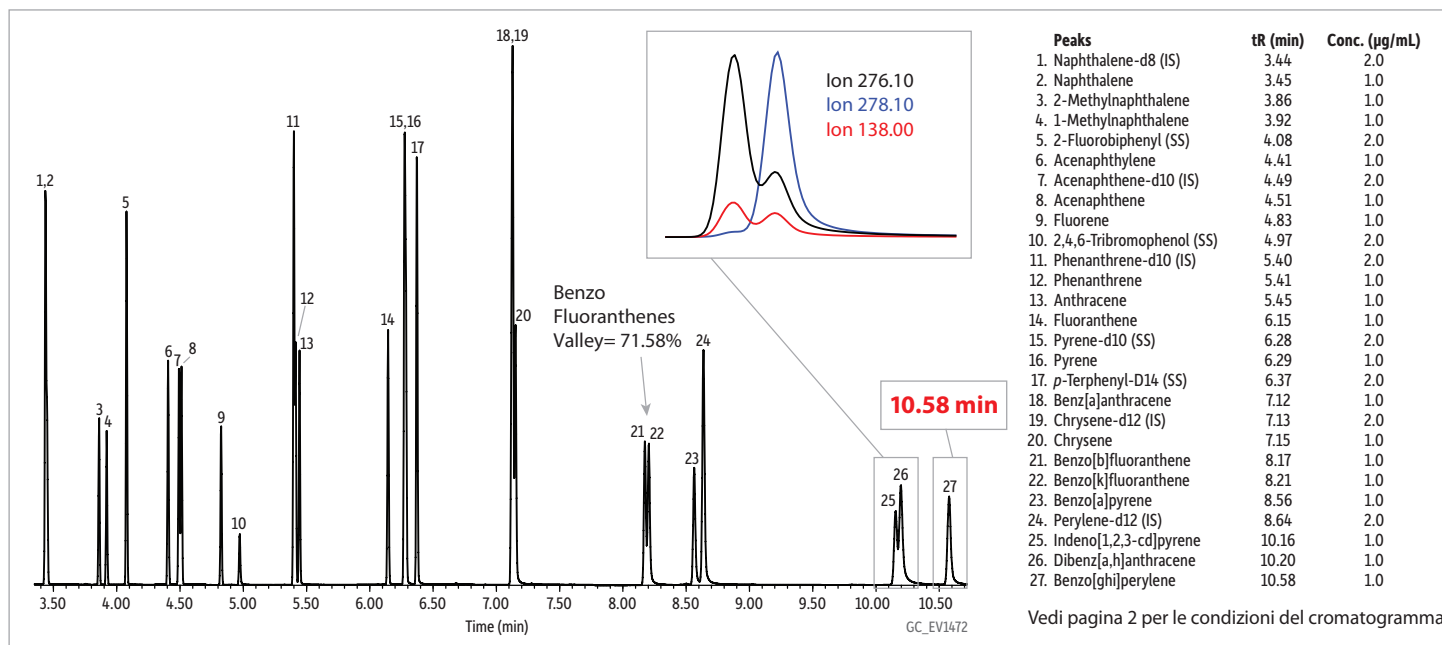
Aumenta la produttività dei campioni con la nuova analisi GC-MS dei PAH in tracce, che richiede solo 15 minuti

- Analisi PAH più rapida grazie a colonna e metodo ridotti; soddisfa i requisiti dei metodi più corti con il GC Accelerator Kit che aumenta le velocità di rampa del forno.
- Utilizza il tuo metodo per semivolatili attuale in modalità SIM per l'analisi dei PAH in tracce.
- Riduci la durata di ciclo complessivo per incrementare la produttività dei campioni.

L'analisi rapida degli idrocarburi policiclici aromatici (PAH) in tracce è di interesse globale a causa della tossicità elevata e delle proprietà cancerogene di alcuni di questi composti. In campo GC-MS, la struttura dei PAH ne permette l'analisi in monitoraggio ionico selettivo (SIM), una modalità più sensibile ma comunque selettiva, dal momento che questi composti in genere ionizzano senza andare incontro a una frammentazione significativa alle normali condizioni di ionizzazione elettronica, e ciò si traduce in forti segnali degli ioni molecolari. Questo semplifica la conversione di un'analisi esistente per composti semivolatili, come la U.S. EPA 8270D, solitamente eseguita in scansione completa, in un'analisi SIM che permette di rilevare livelli ancora più bassi di PAH.

L'analisi GC-MS dei PAH illustrata di seguito evidenzia i benefici del passaggio dal formato di colonna tradizionale (Rxi-5Sil MS da 30 m, 0,25 mm, 0,25 µm) a una più corta e più efficiente che consente le stesse separazioni in minor tempo (Rxi-5Sil MS da 20 m, 0,15 mm, 0,15 µm). I parametri ottimizzati per il metodo più corto, come presentati di seguito, assicurano che il profilo di eluizione sul nuovo formato di colonna rimanga identico a quello tipicamente osservato sulla colonna tradizionale. Per gli strumenti Agilent 6890 e 7890 con forni da 120 V che non riescono a raggiungere le velocità di rampa nell'analisi adattata, è stato utilizzato il GC Accelerator Kit di Restek per aumentare la velocità di rampa del GC senza dover modificare l'hardware o il software.

Come mostrato nel cromatogramma, questa analisi GC-MS dei PAH ha prodotto risoluzione del picco e risposta buone anche a 0,05 ng con metodo on-column e un tempo di analisi di soli 15 minuti. Ogni volta che si analizzano i PAH in tracce si deve prestare particolare attenzione a ridurre lo scodamento del picco, che può verificarsi con impostazioni di temperatura troppo basse del MS o quando non si utilizzano componenti sorgente ottimizzati per l'applicazione specifica. In questo caso si consiglia, per esempio, di utilizzare una lente dell'estrattore da 9 mm anziché la versione standard da 3 mm. Si noti che a concentrazioni particolarmente basse, la calibrazione può richiedere un adattamento di altro tipo, ma i test interni hanno dimostrato che i requisiti di calibrazione del metodo potrebbero comunque essere soddisfatti.



Condizioni del cromatogramma

Column Rxi-5Sil MS, 20 m, 0.15 mm ID, 0.15 µm (cat.# 43816)
Sample EPA Method 8310 PAH mixture (cat.# 31874)
 Revised SV internal standard mix (cat.# 31886)
 Revised B/N surrogate mix (cat.# 31888)
 Acid surrogate mix (4/89 SOW) (cat.# 31063)
 Dichloromethane

Diluent:
Injection
 Inj. Vol.: 1.0 µL split (split ratio 20:1)
 Liner: Topaz 4 mm single taper w/wool (cat.# 23303)
 Inj. Temp.: 275 °C

Oven
 Oven Temp.: 60 °C (hold 0.7 min) to 285 °C at 39.8 °C/min to 305 °C at 4.3 °C/min to 320 °C at 28.5 °C/min (hold 3.5 min)
 He, constant flow

Carrier Gas
 Flow Rate: 1.0 mL/min

Detector
 MS
 Mode: SIM

Transfer Line Temp.: 280 °C
 Analyzer Type: Quadrupole
 Source Type: Extractor
 Extractor Lens: 9 mm ID
 Source Temp.: 330 °C
 Quad Temp.: 180 °C
 Solvent Delay Time: 1 min
 Tune Type: DFTPP
 Ionization Mode: EI
Instrument Agilent 7890B GC & 5977A MSD
Notes Fast SIM analysis of 16 priority PAHs plus the methyl naphthalenes in a 120 V oven equipped with the GC Accelerator kit (cat.# 23849) (injected 1 µg/mL = 0.05 ng on-column).

Group	Start Time (min)	Ion(s) (m/z)	Dwell (ms)
1	3.29	102, 108, 128, 136	25
2	3.71	85, 115, 142.1, 172.1	20
3	4.28	76, 82, 152.1, 153.1, 164.1	20
4	4.71	82.40, 142.90, 166.1, 329.8	25
5	5.24	89, 94, 178.1, 188.1	15
6	5.88	101, 106.1, 122.1, 202.1, 212.1, 244.1	20
7	6.83	101, 120.1, 226.1, 228.1, 240.2	10
8	7.77	126, 252.1	25
9	8.44	126, 132.1, 252.1, 264.2	25
10	9.57	138, 139, 276.1, 278.1	25



GC Accelerator Kit - inserti per forno

per strumenti Agilent 6890 e 7890

- Ottieni la stessa separazione GC in minor tempo; utilizza un GC Accelerator Kit e il method translator *EZGC* per convertire con precisione i metodi in una colonna più corta.
- I metodi che prevedono colonne più corte permettono tempi di analisi più rapidi e una maggiore produttività dei campioni senza un investimento di capitali.
- Il GC Accelerator Kit si installa facilmente senza danneggiare la colonna GC né causare problemi con l'interfaccia MS.

Progettato pensando agli utenti di GC-MS, il GC Accelerator Kit offre un metodo semplice per velocizzare l'analisi dei campioni. Riducendo il volume del forno, questi inserti permettono di raggiungere velocità di rampa più elevate: di conseguenza il tempo di ciclo del forno sarà più breve e aumenteranno sia la produttività dei campioni sia la capacità di processare campioni urgenti. Quando si utilizzano velocità di rampa maggiori, i metodi esistenti possono essere adattati con precisione a colonne più corte, ad alta efficienza e con diametro piccolo grazie all'*EZGC* method translator di Restek. Con una colonna più corta, un metodo correttamente convertito e un GC Accelerator Kit permettono di ottenere la stessa separazione cromatografica - spesso con una maggiore sensibilità - in tempi nettamente inferiori e senza dover effettuare investimenti di capitali.

Descrizione	Qtà	cat.#
GC Accelerator kit - inserti per forno per strumenti Agilent 6890 e 7890	kit	23849



Colonna Rxi-5Sil MS (silice fusa)

fase a bassa polarità; (1,4-bis[dimetilsilossi]fenilene) dimetil polisilossano Crossbond

- Colonna GC-MS progettata per avere un bleeding ridotto.
- Eccellente inerzia per composti attivi.
- Per uso generico — Ideale per l'analisi GC-MS di composti semivolatili, policiclici aromatici, idrocarburi clorurati, ftalati, fenoli, ammine, pesticidi organoclorurati e organofosforati, farmaci, impurità di solventi e idrocarburi.
- Range di temperatura: da -60 °C a 350 °C.

Descrizione	limiti di temperatura	qtà	cat.#
20 m, ID 0,15 mm, 0,15 µm	da -60 a 320/350 °C	cad.	43816

Liner Topaz a cono singolo per iniettore, ID 4,0 mm con lana

Per GC Agilent con iniettori split/splitless



ID x OD x Lunghezza	qtà	cat.#
Liner a cono singolo in vetro borosilicato con lana di quarzo, disattivazione premium		
4,0 mm x 6,5 mm x 78,5 mm	5 pz.	23303

Miscela di PAH per Metodo EPA 8310 (18 componenti)

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

Descrizione	Conc. del solvente e volume	cat.#
Miscela di PAH per Metodo EPA 8310	500 µg/mL di ogni composto in acetone:toluene (92:8), 1 mL/ampolla	31874

Miscela di standard interno SV rivista (7 componenti)

<i>Acenaphthene-d10</i> (15067-26-2)	<i>Naphthalene-d8</i> (1146-65-2)
<i>Chrysene-d12</i> (1719-03-5)	<i>Perylene-d12</i> (1520-96-3)
<i>1,4-Dichlorobenzene-d4</i> (3855-82-1)	<i>Phenanthrene-d10</i> (1517-22-2)
<i>1,4-Dioxane-d8</i> (17647-74-4)	

Descrizione	Conc. del solvente e volume	cat.#
Miscela di standard interno SV rivista	2.000 µg/mL di ogni composto in diclorometano, 1 mL/ampolla	31885
Miscela di standard interno SV rivista	4.000 µg/mL di ogni composto in diclorometano, 1 mL/ampolla	31886

Miscela di surrogato B/N rivista (4 componenti)

<i>2-Fluorobiphenyl</i> (321-60-8)	<i>p-Terphenyl-d14</i> (1718-51-0)
<i>Nitrobenzene-d5</i> (4165-60-0)	<i>Pyrene-d10</i> (1718-52-1)

Descrizione	Conc. del solvente e volume	cat.#
Miscela di surrogato B/N rivista	1.000 µg/mL di ogni composto in diclorometano, 1 mL/ampolla	31887
Miscela di surrogato B/N rivista	5.000 µg/mL di ogni composto in diclorometano, 1 mL/ampolla	31888
Miscela di surrogato B/N rivista	5.000 µg/mL di ogni composto in diclorometano, 1 mL/ampolla	31888.15
Miscela di surrogato B/N rivista, 5 mL	5.000 µg/mL di ogni composto in diclorometano, 5 mL/ampolla	31889

I materiali di riferimento certificati (CRM), prodotti e sottoposti a controllo qualità in laboratori accreditati ISO, soddisfano i requisiti ISO.



Miscela di surrogato acido (4/89 SOW)(3 componenti)

2-Fluorophenol (367-12-4)
Phenol-d6 (13127-88-3)
2,4,6-Tribromophenol (118-79-6)

Descrizione	Conc. del solvente e volume	cat.#
Miscela di surrogato acido (4/89 SOW)	2.000 µg/mL di ogni composto in metanolo, 1 mL/ampolla	31025
Miscela di surrogato acido (4/89 SOW)	2.000 µg/mL di ogni composto in metanolo, 1 mL/ampolla	31025.15
Miscela di surrogato acido (4/89 SOW)	2.000 µg/mL di ogni composto in metanolo, 1 mL/ampolla	31025.25
Miscela di surrogato acido (4/89 SOW)	10.000 µg/mL di ogni composto in metanolo, 1 mL/ampolla	31063
Miscela di surrogato acido (4/89 SOW)	10.000 µg/mL di ogni composto in metanolo, 1 mL/ampolla	31063.15
Miscela di surrogato acido (4/89 SOW), 5 mL	10.000 µg/mL di ogni composto in metanolo, 5 mL/ampolla	31087
Miscela di surrogato acido (4/89 SOW), 10 mL	10.000 µg/mL di ogni composto in metanolo, 10 mL/ampolla	33029

