

Schnelle GCMS Analytik von 56 EPA VOC Verbindungen mit Headspace-Splitless und eTrap

Ziel:

Ziel der Applikation ist die deutliche Verkürzung der chromatographischen Laufzeit und damit ein höherer Probendurchsatz/Tag, unter Beibehaltung des vorhandenen technischen/analytischen Equipments.

Ausgangspunkt:

Ausgangspunkt bei der Erstellung dieser Applikation ist eine etablierte VOC-GCMS-Methode mit einer chromatographischen Laufzeit von ca. 20 min. Die Analytik wird mit einem GCMS-System 5977 der Firma Agilent sowie einem PAL RTC-Probengeber der Firma CTC durchgeführt. Bei der verwendeten Kapillarsäule handelt es sich um eine DB-624, 30 m Länge, ID 0,25 mm und 1,4 µm Filmdicke. Das Ofen-Temperaturprogramm reicht von 40°C bis 260°C. Die Re-Fokussierung der verlustfreien Splitlos-Injektion von 1 ml der Headspace-Luft wird bei -20°C mit der Chromtech "eTrap Plus" ermöglicht.

Optimierung:

Da entsprechend der Zielvorgabe keine zusätzliche analytische Hardware hinzu kommen sollte, wurde hauptsächlich an Ofen-Temperaturprogramm, Injektion und Re-Fokussierung der Probe mittels "eTrap Plus" experimentiert.

Ergebnisse:

Durch die Erhöhung der Ofen-Starttemperatur von 40°C auf 100°C kann die Retentionszeit des 1,2,3-Trichlorbenzols (zuletzt eluierende Komponente im Chromatogramm) von 16,5 min auf 5,5 min reduziert werden, ohne dass dadurch die Signal-Qualität der früh eluierenden Komponenten wie Vinylchlorid oder Chlormethan in Mitleidenschaft gezogen wird. Nach wie vor werden auch bei diesen, sehr flüchtigen Substanzen, scharfe und gut auswertbare Signale erreicht. Grund dafür ist, dass die Substanzen nach erfolgter splitloser Injektion in der eTrap bei -25°C refokussiert werden und anschließend, durch schnelles Aufheizen der Trap, als scharfe Bande zurück auf die 100°C heiße Säule transferiert werden. Der Umstand, dass sich die eTrap **außerhalb** des heißen Ofens befindet, ist dabei von entscheidender Bedeutung, da sie unabhängig von der momentanen Ofentemperatur betrieben werden kann und keinerlei cryogene Medien wie flüssigen Stickstoff oder Kohlendioxid benötigt.

Der Probendurchsatz kann nach Durchführung dieser Maßnahmen verdreifacht werden, es kann ca. alle 6 Minuten eine Injektion erfolgen. Da die Inkubationszeit dieser Applikation ca. 10 min dauert, wird mit dem 6-Port Agitator des CTC-PALs "überlappend" inkubiert, sodass sich keine Wartezeit für die nächst mögliche Injektion ergibt.

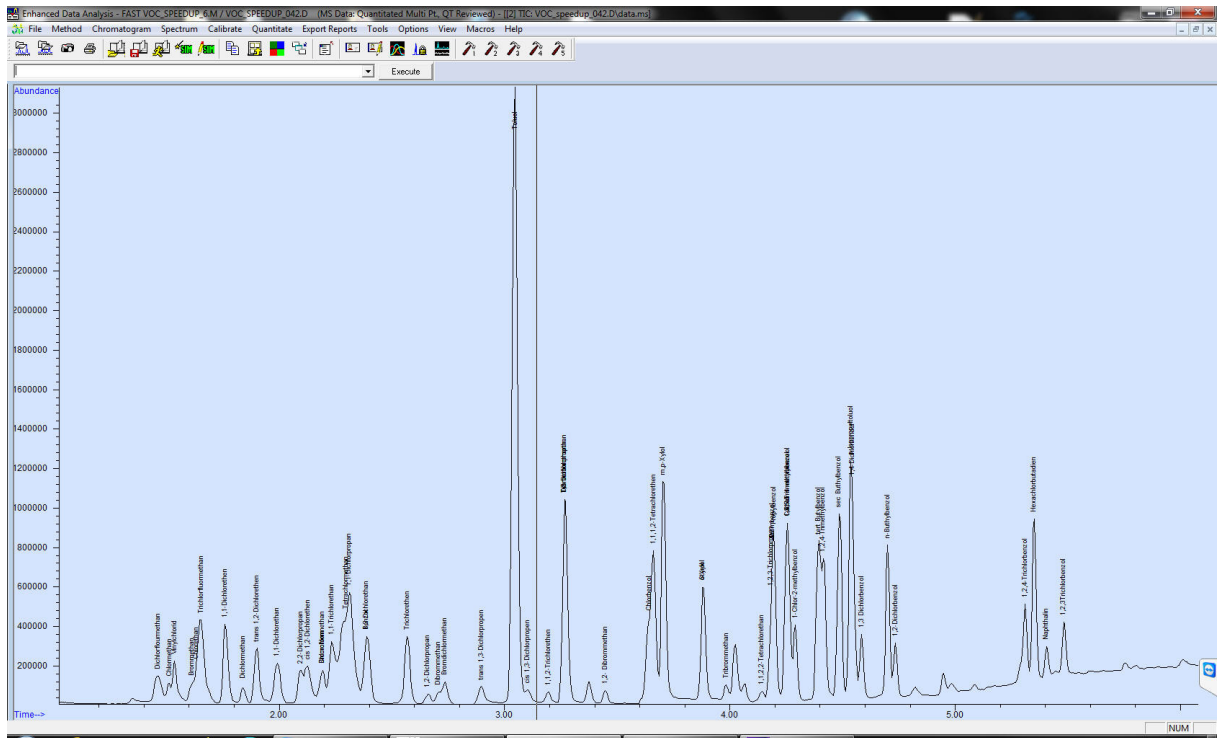


Abb.1: TIC Chromatogramm 56 EPA-VOCs

Die nachfolgenden Bilder verdeutlichen anhand einiger ausgewählter Analyte Signal-Qualität und chromatographische Auflösung bei Verwendung der Chromtech eTrap Plus trotz sehr schneller Retentionszeiten:

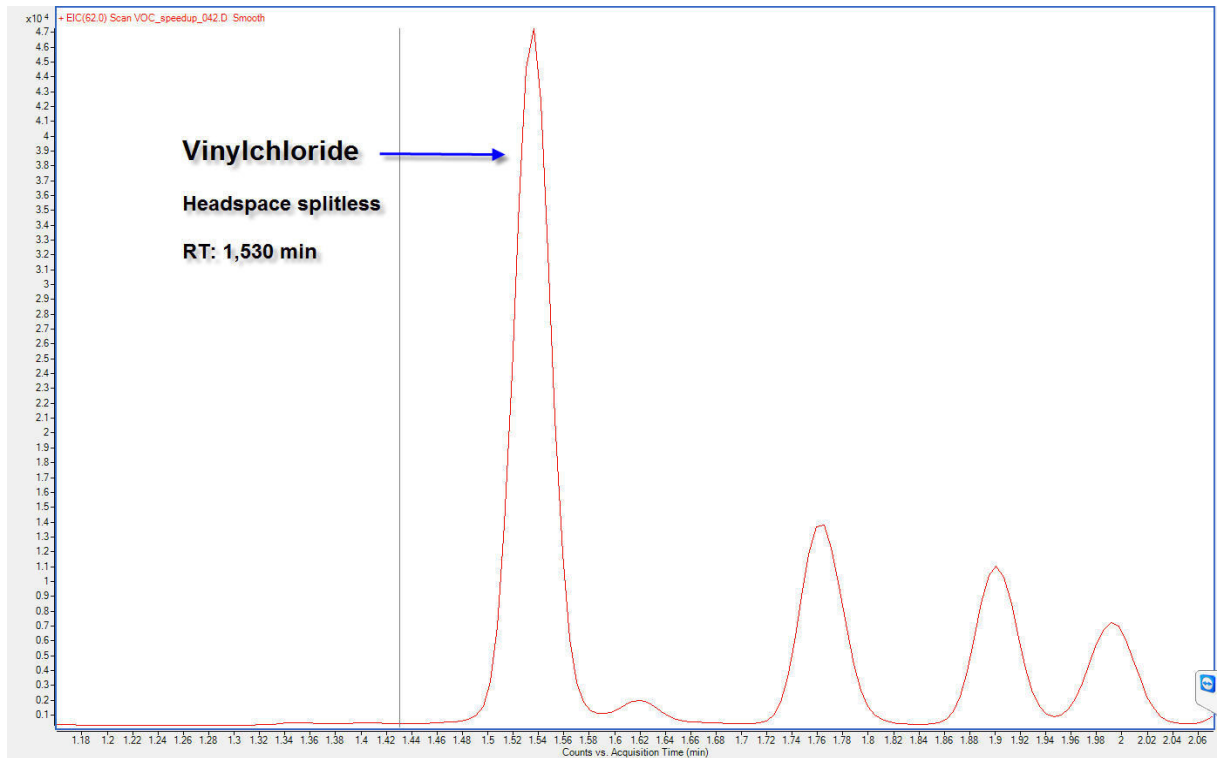


Abb.2: RT: 1,530 min Vinylchloride m/z= 62

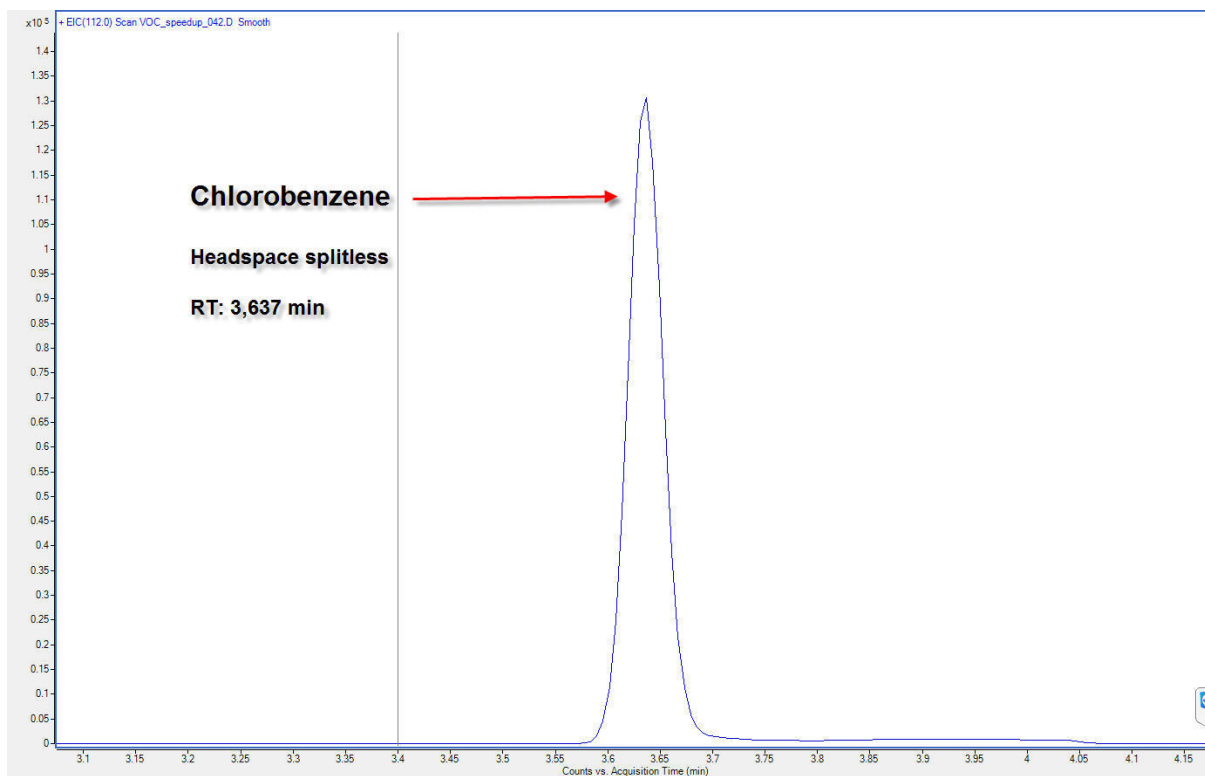
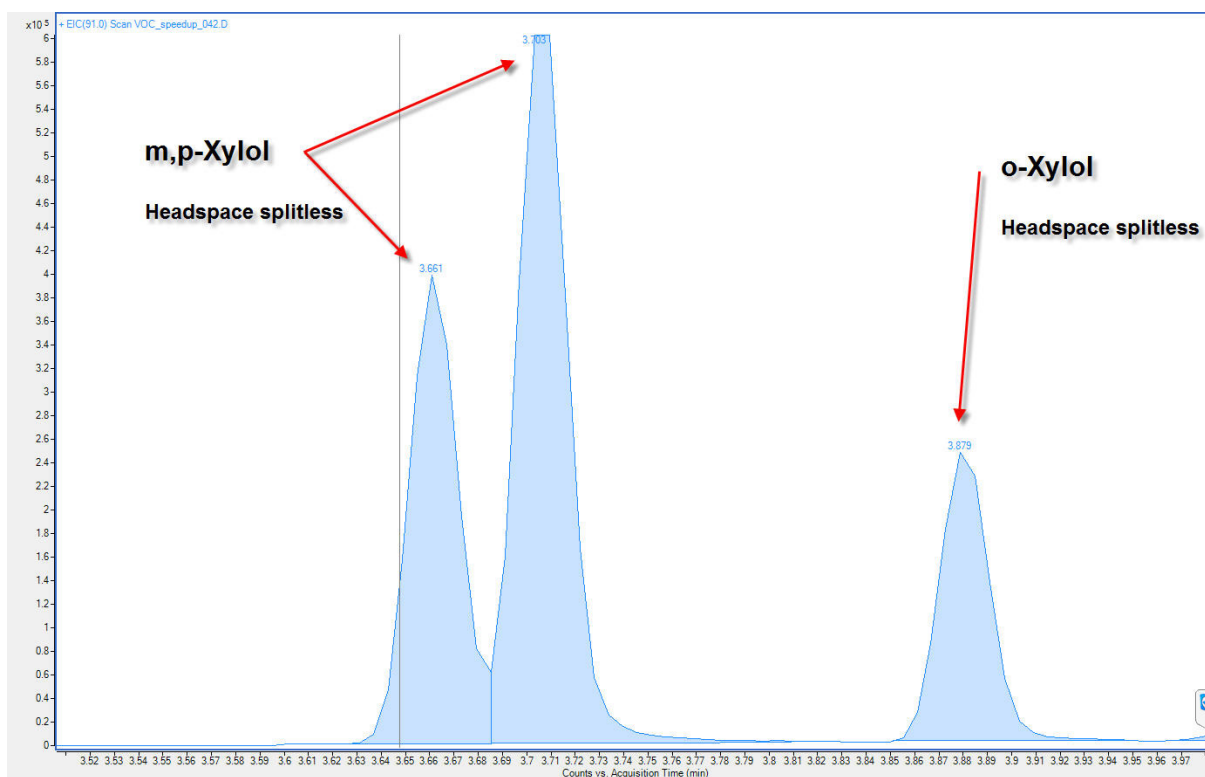


Abb.3: RT: 3,637 min Chlorobenzene m/z= 112



**Abb.4: RT: 3,661 min m-Xylole m/z= 91
RT: 3,703 min p-Xylole m/z= 91
RT: 3,879 min o-Xylole m/z= 91**

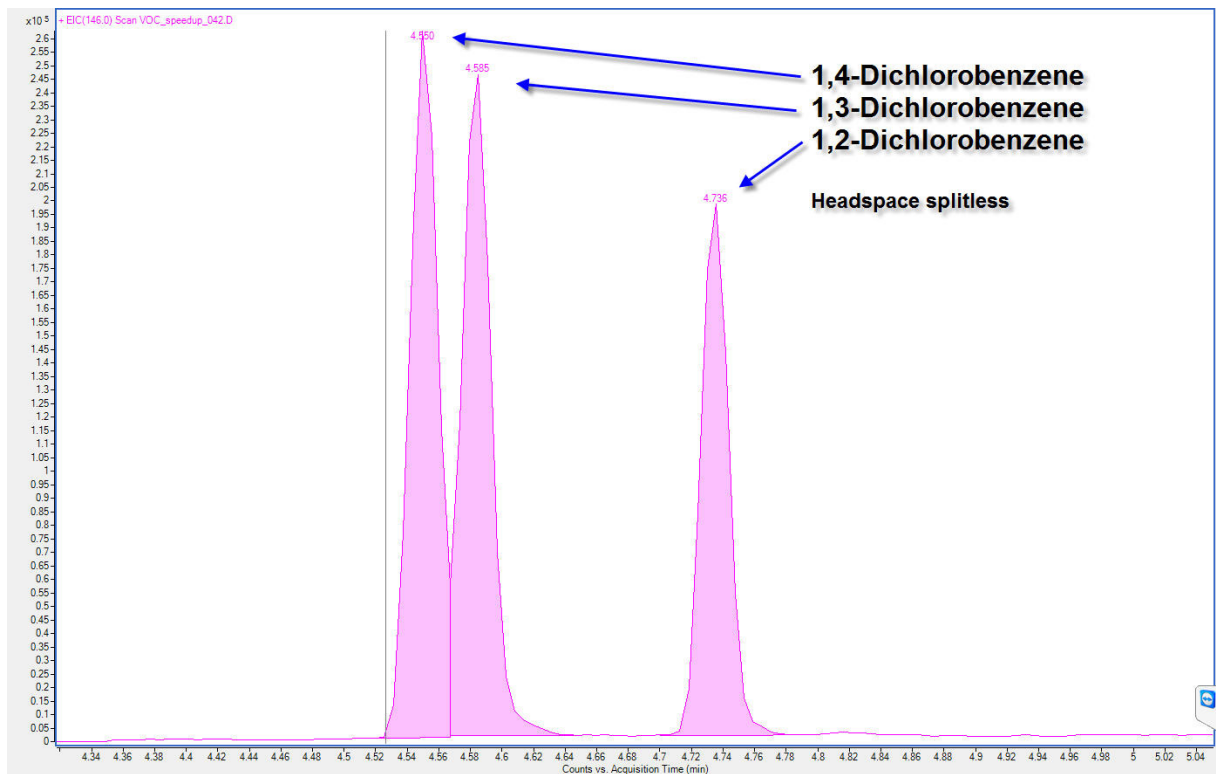


Abb.5: RT: 4,550 1,4-Dichlorobenzene $m/z=146$
 RT: 4,585 1,3-Dichlorobenzene $m/z=146$
 RT: 4,736 1,2-Dichlorobenzene $m/z=146$

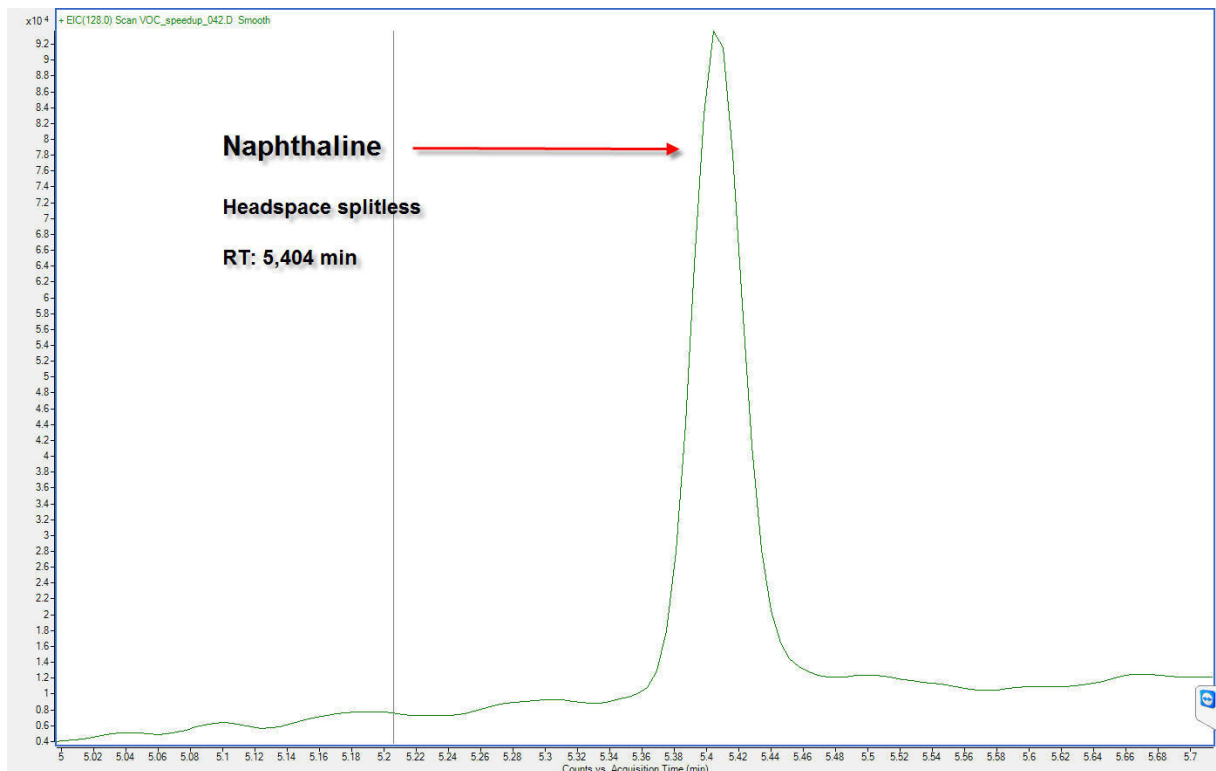


Abb.6: RT: 5,404 Naphthaline $m/z= 128$

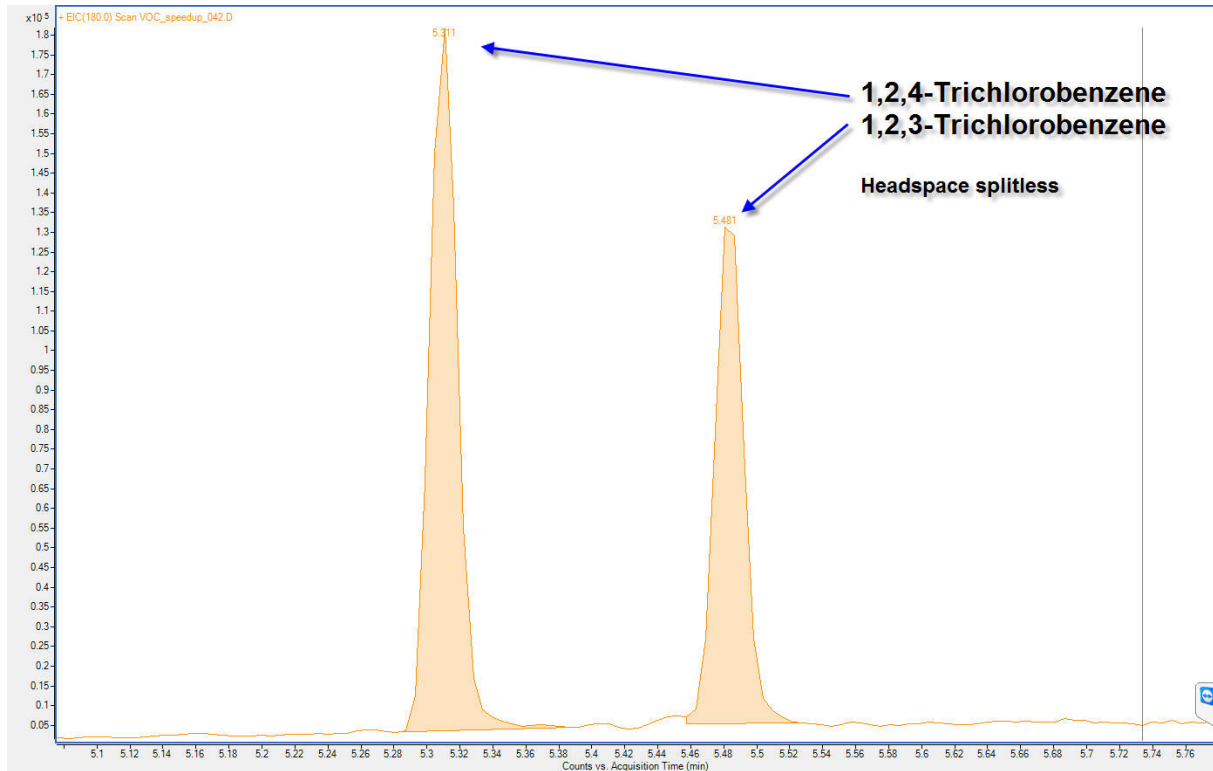


Abb.7: RT: 5,311 1,2,4-Trichlorobenzene m/z= 180
RT: 5,481 1,2,3-Trichlorobenzene m/z= 180

Folgende Tabelle zeigt alle gemessenen Komponenten mit Retentionszeit und Target Ion

| Compound | R.T. | m/z | Compound | R.T. | m/z |
|-----------------------------|-------|-----|-----------------------------|-------|-----|
| 1) Chlormethan | 1.513 | 50 | 30) Dibromchlormethan | 3.272 | 129 |
| 2) Dichlorfluormethan | 1.462 | 85 | 31) 1,2- Dibrommethan | 3.449 | 107 |
| 3) Vinylchlorid | 1.537 | 62 | 32) Chlorbenzol | 3.637 | 112 |
| 4) Brommethan | 1.607 | 96 | 33) 1,1,1,2-Tetrachlorethen | 3.653 | 131 |
| 5) Chlorethan | 1.622 | 64 | 34) m,p-Xylol | 3.709 | 91 |
| 6) Trichlorfluormethan | 1.654 | 101 | 35) o-Xylol | 3.883 | 91 |
| 7) 1,1-Dichlorethen | 1.764 | 61 | 36) Styrol | 3.885 | 104 |
| 8) trans 1,2-Dichlorethen | 1.903 | 61 | 37) Tribrommethan | 3.985 | 173 |
| 9) Dichlormethan | 1.841 | 84 | 38) 1,1,2,2-Tetrachlorethan | 4.143 | 83 |
| 10) 1,1-Dichlorethan | 1.994 | 65 | 39) Cumol | 4.261 | 105 |
| 11) 2,2-Dichlorpropan | 2.097 | 77 | 40) 1,2,3-Trichlorpropan | 4.177 | 110 |
| 12) cis 1,2-Dichlorethen | 2.128 | 96 | 41) Brombenzol | 4.182 | 156 |
| 13) Chloroform | 2.193 | 83 | 42) Propylbenzol | 4.198 | 91 |
| 14) Bromchlormethan | 2.196 | 130 | 43) 1-Chlor-4-methylbenzol | 4.252 | 91 |
| 15) 1,1-Trichlorethan | 2.237 | 97 | 44) 1,3,5-Trimethylbenzol | 4.261 | 105 |
| 16) 1,1-Dichlorpropan | 2.314 | 110 | 45) 1-Chlor-2-methylbenzol | 4.291 | 126 |
| 17) Tetrachlormethan | 2.289 | 117 | 46) tert Butylbenzol | 4.396 | 119 |
| 18) 1,2-Dichlorethan | 2.385 | 62 | 47) 1,2,4-Trimethylbenzol | 4.421 | 105 |
| 19) Benzol | 2.393 | 78 | 48) sec Butylbenzol | 4.489 | 105 |
| 20) Trichlorethen | 2.571 | 130 | 49) p-Isopropyltoluol | 4.540 | 119 |
| 21) 1,2-Dichlorpropan | 2.664 | 63 | 50) 1,4-Dichlorbenzol | 4.550 | 146 |
| 22) Bromdichlormethan | 2.738 | 83 | 51) 1,3 Dichlorbenzol | 4.586 | 146 |
| 23) Dibrommethan | 2.708 | 174 | 52) 1,2-Dichlorbenzol | 4.737 | 146 |
| 24) cis 1,3-Dichlorpropen | 3.107 | 75 | 53) n-Butylbenzol | 4.703 | 91 |
| 25) Toluol | 3.048 | 91 | 54) 1,2,4-Trichlorbenzol | 5.313 | 180 |
| 26) trans 1,3-Dichlorpropen | 2.898 | 75 | 55) Hexachlorbutadien | 5.352 | 225 |
| 27) 1,1,2-Trichlorethen | 3.196 | 97 | 56) Naphthalin | 5.404 | 128 |
| 28) 1,3-Dichlorpropan | 3.272 | 78 | 57) 1,2,3Trichlorbenzol | 5.486 | 180 |
| 29) Tetrachlorethen | 3.270 | 166 | | | |