

Sistema GC/MS Agilent Inert Plus con sorgente HydroInert

Uso dell' H_2 come gas di trasporto in analisi
GC/MS reali

Introduzione

Con l'aumento del prezzo e della pressione sul mercato dell'elio (He), i laboratori stanno cercando un'alternativa all'elio più sostenibile e stanno esplorando l'opzione dell'idrogeno (H_2) come gas di trasporto. I vantaggi dell'idrogeno nella gascromatografia (GC) sono ampiamente accettati in quanto questo gas può essere generato in laboratorio in modo conveniente e permette analisi cromatografiche rapide e una maggiore produttività in termini di campioni. Poiché l'idrogeno è un gas reattivo, reazioni di idrogenazione e dechlorazione possono verificarsi e si verificano realmente nella sorgente di ionizzazione elettronica (EI) dello spettrometro di massa. Queste reazioni possono rendere complesso l'uso dell'idrogeno come gas di trasporto in molte applicazioni. Una sorgente extractor di nuova concezione per i sistemi GC/MSD Agilent 5977B Inert Plus e GC/MS a triplo quadrupolo Agilent 7000D/E Inert Plus risolve questi problemi correlati all'idrogeno e permette di migliorare le prestazioni usando l'idrogeno come gas di trasporto per GC/MS e GC/MS/MS. La sorgente Agilent HydroInert con H_2 come gas di trasporto preserva la qualità dello spettro di massa e può permettere agli utilizzatori di continuare a usare le librerie di spettri di massa esistenti, basate sull'elio.

Passaggio dall'elio all'idrogeno

Varie considerazioni sull'uso dell' H_2 nelle analisi GC/MS sono state discusse nella letteratura precedente.¹ Queste considerazioni, specialmente l'attenzione ai parametri GC per una separazione ottimale, restano valide con la sorgente Hydrolnert per gli spettrometri di massa Inert Plus. Anche se l'elio è il miglior gas di trasporto per la GC/MS, la sorgente Hydrolnert è stata sviluppata per funzionare con l'idrogeno come gas di trasporto, che è la migliore alternativa quando l'elio non è disponibile.

Alcune di queste considerazioni sono riassunte nell'elenco abbreviato seguente:

- Con l' H_2 è fortemente raccomandato l'uso di tubi in acciaio inossidabile. Se sono disponibili solo tubi in rame, installare linee in rame nuove. Un kit di installazione in acciaio inossidabile di raccordi e tubi è disponibile con il codice 19199S.
 - Usare sempre filtri gas, specialmente con i generatori di H_2 . La raccomandazione è di installare una trappola universale grande Agilent (per umidità, O_2 e idrocarburi) per l' H_2 (codice RSMH-2-SS) e un purificatore del gas Agilent per il gas di trasporto (codice CP17976 per il kit che include una base, o codice CP17973 per un filtro per il gas di trasporto sostitutivo se si possiede già la base).
 - Ridurre la temperatura dell'iniettore quando si lavora con composti sensibili o usare l'iniezione splitless a freddo con iniettore multimode, dove possibile.
- La viscosità dell'idrogeno è inferiore a quella dell'elio, il che causa pressioni in ingresso inferiori. È consigliabile almeno:
 - cambiare le dimensioni della colonna, oppure
 - aumentare il flusso del gas di trasporto.
 - Il flusso ottimale del gas di trasporto dipende dalla pompa, in quanto la capacità di pompaggio dell'idrogeno è inferiore a quella dell'elio.
 - Intervallo ottimale: da 0,5 a 1,0 mL/min.
 - Flusso massimo raccomandato per la pompa turbomolecolare: 2,0 mL/min.
 - Usare metodi a flusso costante.
 - Per i sistemi GC/MS/MS che utilizzano idrogeno, non si usa elio come quenching gas. Rimuovere i circuiti dell'elio dal retro del modulo di controllo elettronico della pneumatica (EPC) e impostare il quenching gas su 0,00 mL/min in qualsiasi metodo di GC/MS/MS.

Nella maggior parte dei casi saranno richiesti cambiamenti ed è necessario dedicare del tempo agli aggiornamenti necessari delle procedure operative standard (SOP) e alla validazione del metodo.

Sorgente Hydrolnert

La sorgente Hydrolnert, mostrata in Figura 1, è una sorgente nuova basata sulla struttura della sorgente extractor Agilent. La sorgente Hydrolnert è una facile conversione dalla sorgente extractor EI o EI Inert Plus già presente nei sistemi a singolo quadrupolo (GC/MSD Agilent 5977B o 5977C) e a triplo quadrupolo (GC/MS a triplo quadrupolo Agilent 7000D o 7000E). Non mescolare parti della sorgente Hydrolnert con parti della sorgente extractor; in caso contrario, potrebbero essere prodotti risultati inattesi e indesiderati, specialmente quando si utilizza l'idrogeno come gas di trasporto.



Figura 1. Sorgente Agilent Hydrolnert.

Generalmente, ci sarebbe da fare un'annotazione sull'idrogenazione o dechlorazione di alcune classi di composti quando si utilizza H_2 con i sistemi GC/MS, oltre a una discussione sulla necessità di costruire librerie interne di composti o di comprendere che i punteggi di corrispondenza con la libreria NIST o altre librerie basate sull'elio potrebbero non corrispondere bene agli spettri di massa ottenuti con l'idrogeno. La sorgente Hydrolnert, però, è più inerte all' H_2 e gli spettri di massa conservano le normali caratteristiche osservate negli spettri di massa ottenuti con l'He.

Questo è un esempio primario dei vantaggi della sorgente Hydrolnert per l'analisi del nitrobenzene. In un esperimento con una sorgente extractor con lente di estrazione da 3 mm, l'idrogeno è stato usato come gas di trasporto per l'analisi di composti organici semivolatili (SVOC). Il nitrobenzene era uno dei composti della miscela (codice SVM-122-1). I composti azotati sono noti per essere sensibili all'idrogenazione in presenza di calore, idrogeno e superfici metalliche; tutti questi fattori sono presenti nella sorgente extractor. L'idrogenazione del nitrobenzene (peso molecolare (PM) 123 m/z) forma anilina (PM 93 m/z). Quando si è esaminato lo spettro di massa corrispondente al picco del cromatogramma ionico totale (TIC) per la sorgente extractor con H_2 come gas di trasporto, è stato osservato quanto riportato nella Figura 2A. Vi è un'abbondanza elevata di m/z 93 e bassa di m/z 123, il che indica la conversione del nitrobenzene in anilina nella sorgente; è confermato che ciò avviene nella sorgente perché lo spettro di massa si osserva al tempo di ritenzione del nitrobenzene, che è ben separato dall'anilina.

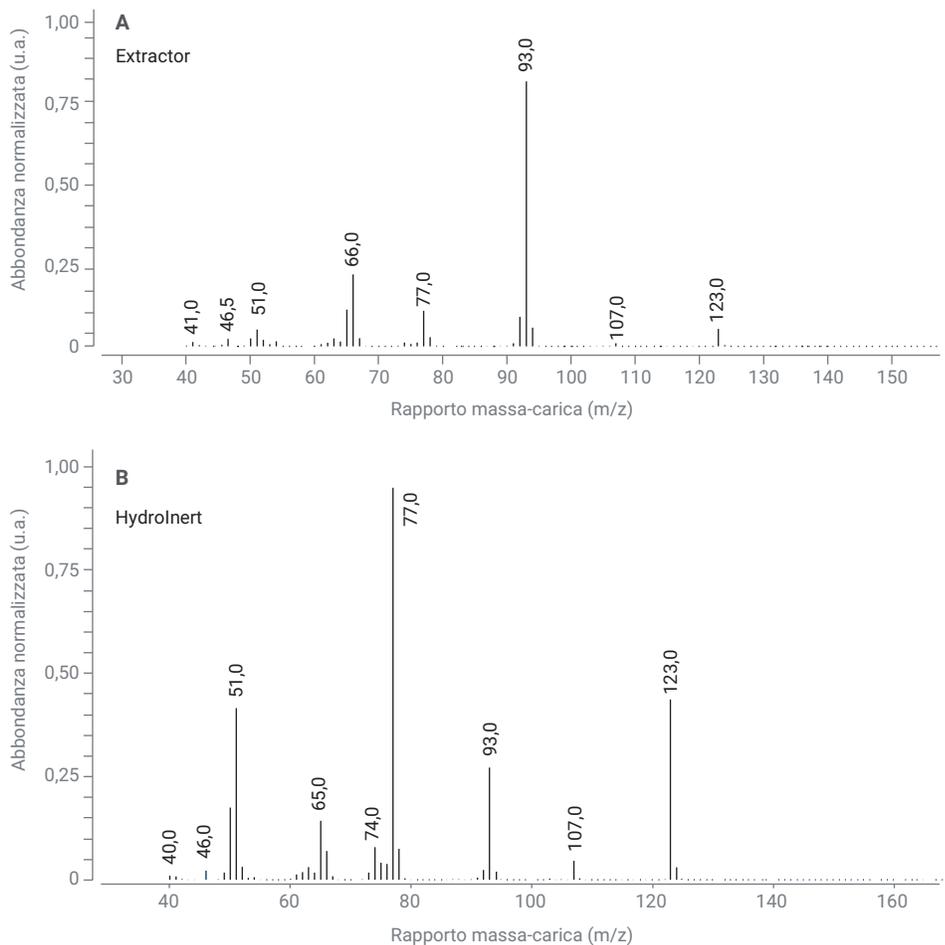


Figura 2. Spettro di massa del picco che eluisce al tempo di ritenzione del nitrobenzene con idrogeno come gas di trasporto in (A) sorgente extractor con lente di estrazione da 3 mm che mostra l'idrogenazione in anilina con lo ione con m/z 93 abbondante e (B) sorgente Agilent Hydrolnert, che mostra uno spettro di massa migliorato che correla al nitrobenzene.

La stessa miscela contenente nitrobenzene è stata analizzata su una sorgente Hydrolnert (con una lente di estrazione da 9 mm), dove osserviamo la distribuzione prevista di m/z 123 e m/z 93 nello spettro di massa (Figura 2B), che indica che il nitrobenzene è trattenuto nella sorgente e non è convertito in anilina. Questo confronto può anche essere effettuato nei

cromatogrammi degli ioni estratti (EIC) mostrati in Figura 3A (conversione nella sorgente extractor) e 3B (ritenzione del nitrobenzene nella sorgente Hydrolnert), dove osserviamo un rapporto 123/93 migliorato usando la sorgente Hydrolnert, mentre l'EIC con sorgente extractor mostra una conversione significativa in m/z 93 e uno scodamento significativo.

Esempi di qualità dello spettro di massa

Il nitrobenzene è un esempio della qualità dello spettro di massa che si ottiene con H₂ come gas di trasporto e sorgente Hydrolnert. Altri composti azotati, che siano pesticidi, SVOC o composti di altre classi, possono presentare problemi di idrogenazione in presenza di H₂. I composti clorurati possono anche dechlorarsi in presenza di H₂ come gas di trasporto e di metalli o altri siti attivi; il diclorodifeniltricloroetano (DDT) è un composto comune che potrebbe decomporsi negli iniettori del GC a causa di calore e siti attivi, come il metallo, ma che può anche essere interessato da dechlorazione in una sorgente in presenza di idrogeno. Il DDT è stato analizzato con He come gas di trasporto e quindi con H₂ come gas di trasporto usando la sorgente extractor e una coppia di colonne, in modo che i tempi di ritenzione corrispondessero a quelli generati con il metodo con He come gas di trasporto. Generalmente, per l'analisi dei pesticidi vengono usate due colonne per GC Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert da 15 m × 0,25 mm, 0,25 µm. Per l'idrogeno, le colonne sono state modificate in due colonne per GC Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert da 20 m × 0,18 mm, 0,18 µm, per far corrispondere i tempi di ritenzione ed evitare di dover resettare molti tempi di ritenzione per un metodo che contiene centinaia di pesticidi. In base ai risultati ottenuti con l'elio, il DDT eluiva a 13,04 minuti, mentre il diclorodifenildicloroetilene (DDE) e il diclorodifenildicloroetano (DDD) eluivano prima, rispettivamente a 12,44 e 12,88 minuti. Guardando il risultato ottenuto con H₂ come gas di trasporto e sorgente extractor a 13,04 minuti, si nota che è stato identificato DDD invece di DDT, come indicato nella Tabella 1. Con la sorgente Hydrolnert e H₂ come gas di trasporto, il DDT è stato identificato precisamente a 13,04 minuti, con un punteggio di corrispondenza alla libreria pari a 85 (rispetto alla libreria NIST17.L). Questa identificazione errata a 13,04 minuti per la sorgente extractor (e l'idrogeno come gas di trasporto) si è ottenuta in molte analisi, il che indica che il DDT era stato dechlorato nella sorgente a formare il DDD.

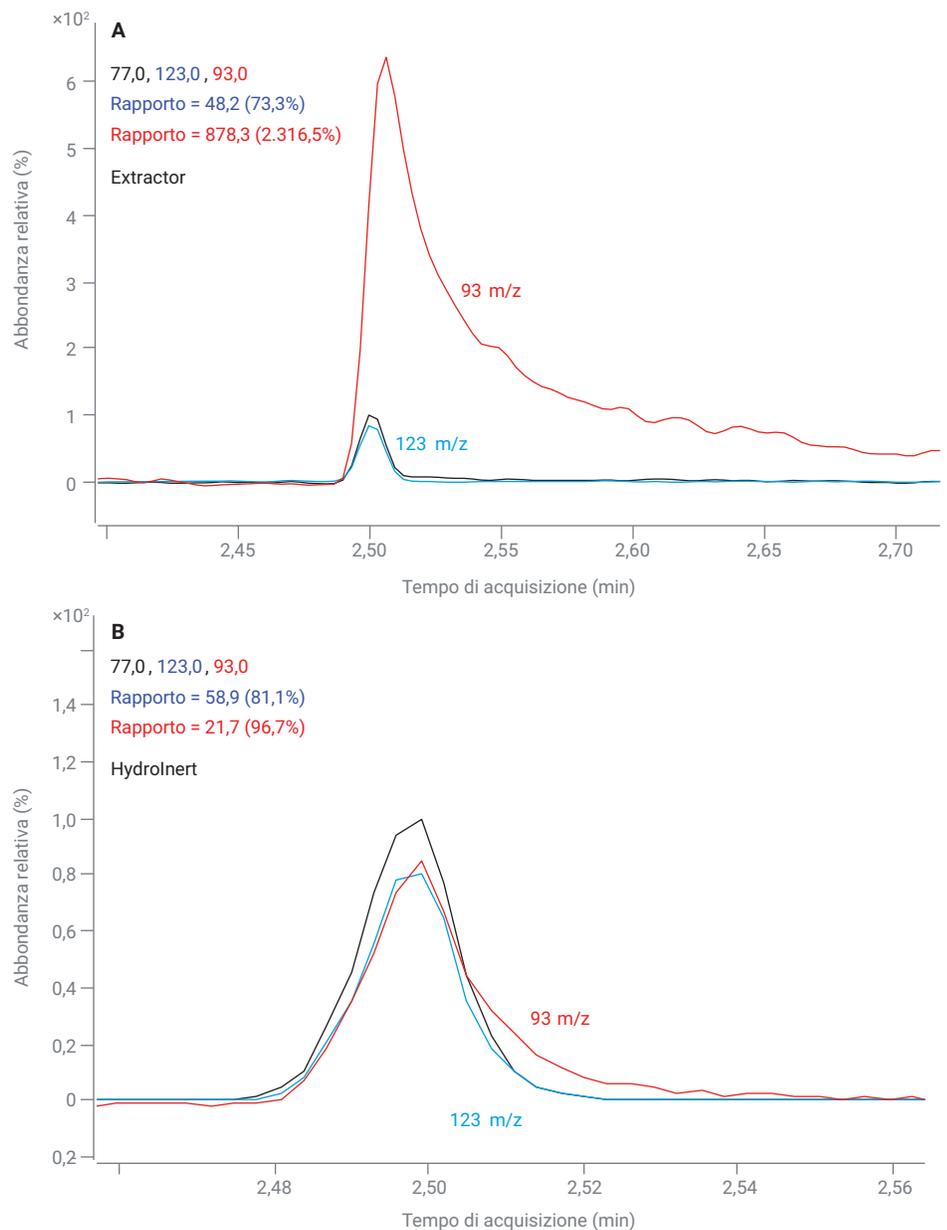


Figura 3. EIC del nitrobenzene con idrogeno come gas di trasporto in (A) sorgente extractor con lente di estrazione da 3 mm che mostra l'idrogenazione in anilina con lo ione con m/z 93 abbondante e (B) sorgente Agilent Hydrolnert, che mostra un rapporto tra m/z 123 e m/z 93 migliorato.

Tabella 1. Confronto tra la sorgente extractor e la sorgente Agilent Hydrolnert con l'uso di H₂ come gas di trasporto per l'identificazione del DDT e dei prodotti di degradazione del DDT.

Sorgente con H ₂ come gas di trasporto	Tempo di ritenzione (min)	Composto identificato	Punteggio di corrispondenza alla libreria
Extractor	13,04	DDD	79
Hydrolnert	13,04	DDT	85

Sia nei sistemi con sorgente HydroInert che in quelli con sorgente extractor, anche DDE e DDD sono stati identificati ai rispettivi tempi di ritenzione (12,44 e 12,88 minuti), a dimostrazione che una degradazione del DDT <10% si verificava anche nell'iniettore. La degradazione nell'iniettore non era il focus di questo gruppo di test; l'ottimizzazione dei parametri di iniezione e del liner può ridurre la degradazione del DDT, così come possono farlo l'abbassamento delle temperature dell'iniettore o l'uso dell'iniezione splitless a freddo con un iniettore multimode.

Un altro esempio di composto clorurato è rappresentato dall'eptacloro. Usando lo stesso disegno sperimentale del nitrobenzene, in uno strumento GC/MS a singolo quadrupolo con H₂ come gas di trasporto è stata installata una sorgente extractor con lente di estrazione da 3 mm, che è la lente di estrazione raccomandata per l'analisi dei pesticidi con He. Una miscela di pesticidi (codice PSM-105-A), incluso l'eptacloro, è stata diluita a 10 ng/μL e un insieme di idrocarburi policiclici aromatici (IPA) deuterati è stato aggiunto come standard interno. Lo spettro di massa deconvoluto dell'eptacloro è mostrato in Figura 4A con un confronto testa-coda con lo spettro di massa dell'eptacloro della libreria NIST17.L. Gli ioni più abbondanti dovrebbero essere quelli con m/z 272, 274, 270, 100 e 65, ma la Figura 4A e la Figura 5A mostrano un aumento significativo dell'abbondanza degli ioni con m/z intorno a 235 e 237, che si posizionano tra i cinque ioni più abbondanti, mentre m/z 272 e 274 sono soppressi. Nei cromatogrammi dei cinque ioni estratti più abbondanti si trova solo m/z 272; m/z 165 fornisce un contributo significativo in termini di cromatogramma ionico estratto, mentre dovrebbe avere un'intensità da limitata ad assente. Inoltre, due dei cinque EIC, quelli relativi a m/z 66 e 272, hanno apici dei picchi diversi rispetto agli altri tre. Questo spostamento delle regioni ad abbondanza più elevata da m/z 272 a m/z 235, il cambiamento negli ioni a massima abbondanza e gli apici dei picchi non corrispondenti indicano che nella sorgente si sono verificate reazioni di dechlorazione. Per contro, i risultati relativi all'H₂ come gas di trasporto e alla sorgente HydroInert con una lente di estrazione da 9 mm sono mostrati nello spettro di massa

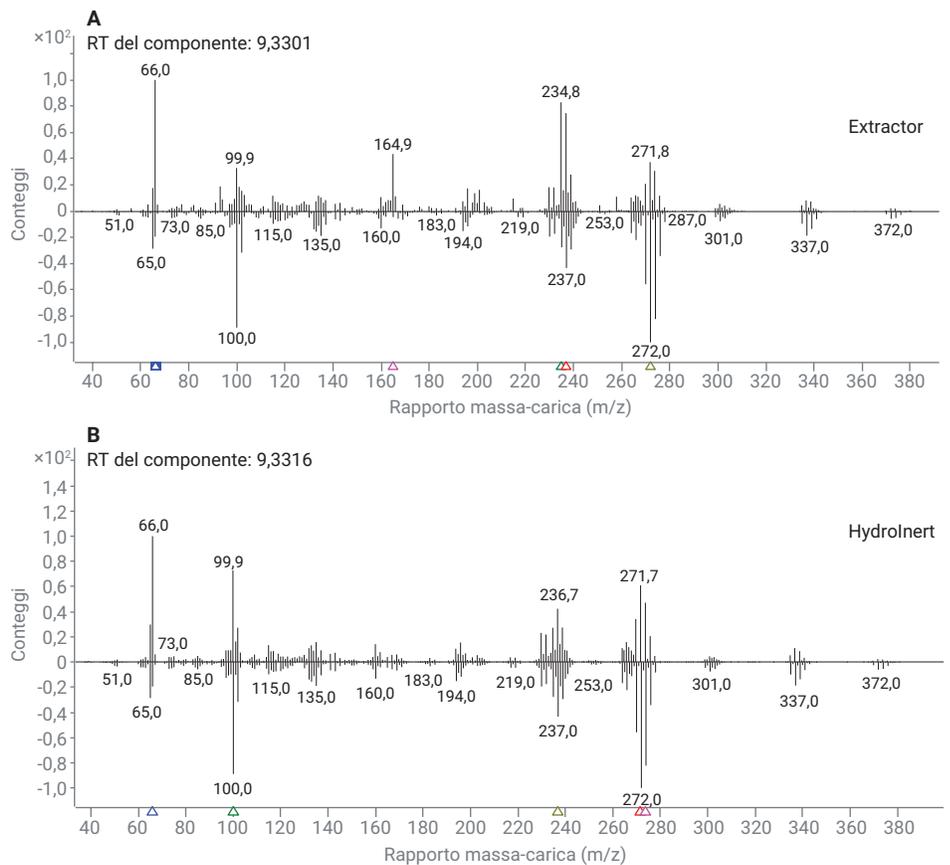


Figura 4. Confronto testa-coda tra lo spettro di massa deconvoluto (in alto) e lo spettro di massa della libreria NIST17.L (in basso) per l'eptacloro con H₂ come gas di trasporto e (A) sorgente extractor con lente di estrazione da 3 mm e (B) sorgente Agilent HydroInert con lente di estrazione da 9 mm.

estratto in Figura 4B, gli EIC dei cinque ioni più abbondanti nella Figura 5B. Nella Figura 4B, la regione a m/z 272 è maggiore di quella a m/z 237 e vi è un'abbondanza significativa a m/z 100, come nello spettro della libreria di riferimento in fondo al confronto testa-coda, il che indica la ritenzione degli atomi di cloro. Inoltre, gli EIC dei cinque ioni più abbondanti nei risultati relativi a HydroInert presentano apici dei picchi allineati e includono tre degli ioni attesi: quelli con m/z 272, 274 e 100; gli ioni con m/z 237 e 270 hanno un'abbondanza simile, ma m/z 237 è leggermente più alto e supera m/z 270 raggiungendo i primi cinque EIC.

Esempi di punteggi di corrispondenza alla libreria

Poiché la sorgente HydroInert impedisce la degradazione, l'idrogenazione e la dechlorazione dei composti in presenza di idrogeno, le librerie degli spettri di massa acquisiti con l'elio possono essere usate con la sorgente HydroInert e l' H_2 come gas di trasporto. Abbiamo effettuato esperimenti per valutare l'uso di una grande libreria generale, come la libreria NIST, quando si usano He o H_2 come gas di trasporto e le sorgenti extractor e HydroInert, con le rispettive lenti di estrazione da 9 mm, nel modo seguente: una sorgente extractor con He come gas di trasporto, una sorgente extractor con H_2 come gas di trasporto e una sorgente HydroInert con H_2 come gas di trasporto. Una miscela di SVOC, pesticidi e composti aromatici è stata generata con un insieme di sei IPA deuterati a 10 ng/ μ L per l'analisi in tutti e tre gli esperimenti sulle sorgenti con un GC Agilent 8890 con spettrometro di massa 5977 Inert Plus a singolo quadrupolo in modalità Scan. I dati sono stati caricati nel software di analisi delle sostanze incognite Agilent MassHunter ed è stato applicato un metodo di deconvoluzione che utilizza la libreria NIST17.L per valutare i punteggi di corrispondenza alla libreria (LMS).

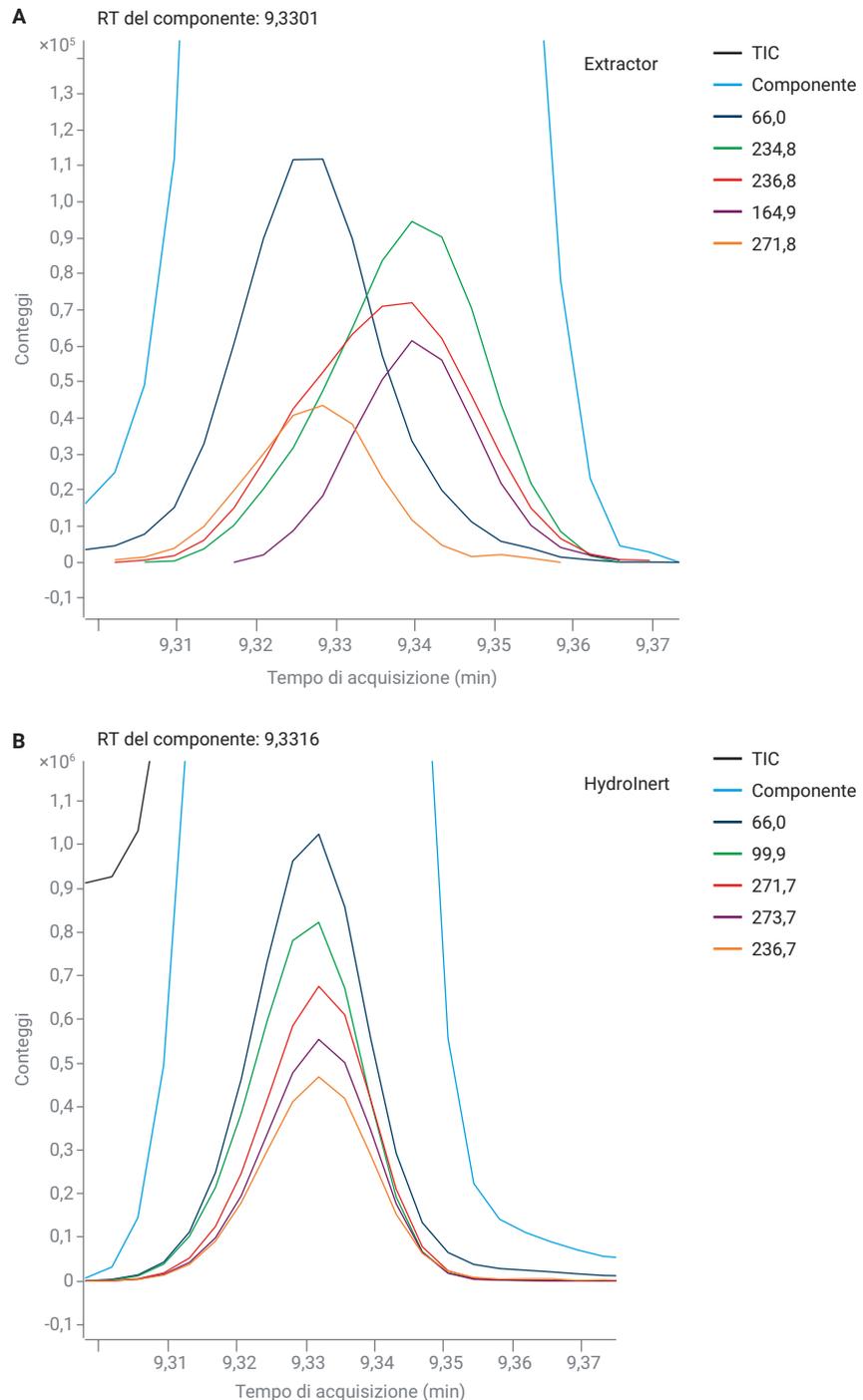


Figura 5. EIC dei cinque ioni più abbondanti per l'epctachloro con H_2 come gas di trasporto e (A) sorgente extractor con lente di estrazione da 3 mm e (B) sorgente Agilent HydroInert con lente di estrazione da 9 mm.

I valori LMS ottenuti con elio come gas di trasporto e sorgente extractor riportati nella Tabella 2 sono stati usati come valori basali da confrontare con quelli ottenuti con H₂ come gas di trasporto e sorgente extractor (colonna centrale) o sorgente Hydrolnert (colonna di destra). Tutti i valori LMS per la sorgente Hydrolnert si trovano entro cinque punti percentuali dai valori LMS ottenuti con l'elio, mentre alcuni valori LMS per la sorgente Hydrolnert con H₂ offrono una migliore corrispondenza con la libreria NIST, ad esempio nel caso di 4-nitrofenolo e benzidina. Quindici dei valori LMS acquisiti con Hydrolnert si trovano entro due punti percentuali dai dati acquisiti con l'He e cinque valori LMS per la sorgente Hydrolnert sono tre o più punti percentuali più alti dei valori LMS acquisiti con l'He, come nel caso di abelmosco e benzidina. Questa ritenzione di valori LMS elevati con H₂ come gas di trasporto e sorgente Hydrolnert indica la ritenzione dei gruppi funzionali e la qualità dello spettro di massa nella sorgente. L'analisi con H₂ come gas di trasporto e sorgente extractor, però, presenta 10 composti con valori LMS inferiori di cinque o più punti percentuali rispetto ai valori LMS ottenuti con H₂ e Hydrolnert. Alcuni valori LMS per la sorgente extractor sono veramente bassi (70), come quelli di benzidina e benzo(b)fluorantene, il che indica che idrogenazione o altre conversioni si verificano nella sorgente extractor con H₂ come gas di trasporto. Come previsto, i composti clorurati e i composti azotati sono stati influenzati dall'H₂ come gas di trasporto e dalla sorgente extractor con punteggi di corrispondenza alla libreria inferiori: è il caso di nitrobenzene (LMS 80,9), 4-nitrofenolo (LMS 83,1), pentaclorofenolo (LMS 85,4), fenitrotion (LMS 88,3) e muschio chetone (LMS 89,8). Questi punteggi sono ancora relativamente alti, ma quando le concentrazioni diminuiscono e le identificazioni diventano più difficili, la conversione dei composti nella sorgente diventa più problematica. In sintesi, la sorgente Hydrolnert con H₂ come gas di trasporto conserva la qualità dello spettro di massa e può permettere agli utilizzatori di continuare a usare le librerie di spettri di massa esistenti, basate sull'He.

Tabella 2. Confronto del valore LMS per una miscela di SVOC, pesticidi e composti aromatici usando una sorgente extractor con He come gas di trasporto, una sorgente extractor con H₂ come gas di trasporto e una sorgente Agilent Hydrolnert con H₂ come gas di trasporto.

Analita	Extractor con He LMS	Extractor con H ₂ LMS	Hydrolnert con H ₂ LMS
Anilina	98,6	92,3	97,7
1,4-diclorobenzene-d ₄	96,7	94,7	97,5
Nitrobenzene	95,7	80,9	94,3
Acido benzoico	93,3	87,7	97,2
Naftalene-d ₈	96,9	93,9	97,6
Acenaftene-d ₁₀	98,3	97,3	97,8
2,4-dinitrofenolo	95,6	90,6	94,8
4-nitrofenolo	89,5	83,1	94,8
4,6-dinitro-2-metilfenolo	94,3	93,6	95,7
Pentaclorofenolo	90,7	85,4	89,1
4-amminodifenile	96,9	95,8	97,9
Fenantrene-d ₁₀	97,7	93,3	97,2
Abelmosco	86,6	86,3	89,5
Fenitrotion	95,6	88,3	97,0
Muschio chetone	95,8	89,8	98,2
Benzidina	92,6	70,1	97,5
3,3'-diclorobenzidina	97,3	89,8	95,3
Crisene-d ₁₂	96,0	84,8	93,5
Benzo[b]fluorantene	97,8	70,1	98,4
Benzo[k]fluorantene	97,8	96,8	98,4
Perilene-d ₁₂	94,4	79,4	93,1

Minore pulizia della sorgente

Uno dei vantaggi osservati con l'idrogeno come gas di trasporto è la riduzione della necessità di pulire la sorgente EI. Questo dato è stato osservato usando la sorgente ionica autopulente Agilent Jet Clean, che introduce un basso flusso di idrogeno nella sorgente durante o dopo l'analisi.² La minore necessità di pulizia della sorgente è osservata anche con la sorgente Hydrolnert. È stata effettuata una serie di esperimenti per indagare la durata della sorgente usando una matrice complessa come il terreno e i criteri per gli analiti target e il controllo qualità del metodo 8270 dell'Agenzia per la protezione dell'ambiente (EPA) per valutare quando il sistema GC o MS necessitava di manutenzione. In un gruppo di esperimenti è stato usato He come gas di trasporto con una sorgente extractor e una lente di

estrazione da 9 mm, nell'altro gruppo di esperimenti è stato usato H₂ come gas di trasporto con la sorgente Hydrolnert e una lente di estrazione da 9 mm (Hydrolnert). Il sistema GC/MS con He ha richiesto una pulizia della sorgente dopo una media di 365 iniezioni in matrice (581 iniezioni totali). Per la sorgente Hydrolnert, sono state completate 5.200 iniezioni in matrice prima che la sorgente non superasse più i criteri di accettazione. La lente di estrazione Hydrolnert e il repeller sono stati sostituiti e ricalibrati e il sistema è stato in grado di tornare a prestazioni accettabili. Al momento, si raccomanda la sostituzione della lente di estrazione Hydrolnert e del repeller se sporchi e i criteri del metodo non possono essere ristabiliti con la manutenzione del GC. L'isolatore della lente di estrazione (codice G3870-20445) può essere sostituito nello stesso momento, in quanto gli isolatori in ceramica si sporcano con il tempo.

Sensibilità

A seconda dell'applicazione, la sensibilità è influenzata dall'introduzione di H₂ come gas di trasporto, specialmente quando si usano sorgenti MS già esistenti come la sorgente extractor. Gli utilizzatori tendono a vedere rapporti segnale-rumore (S/N) ridotti e linearità potenzialmente ridotta per la calibrazione o limiti di rivelabilità (LOD) maggiori a causa del rumore di fondo maggiore causato dalle interazioni dell'idrogeno. Con la sorgente Hydrolnert per applicazioni selezionate, abbiamo osservato valori S/N o abbondanza dei composti aumentati rispetto alla sorgente extractor. Ad esempio, i composti organici volatili (VOC) sono stati

analizzati in campioni di acqua usando un campionatore per spazio di testa Agilent 7697A, GC 8890 e GC/MSD 5977 Inert Plus per confrontare la sensibilità e il rapporto S/N per la sorgente extractor e la sorgente Hydrolnert con H₂ come gas di trasporto. Per due composti esemplificativi, bromoformio e tetracloruro di carbonio, si osservano aumenti dell'abbondanza e del rapporto S/N, come mostrato nella Figura 6. Nella stessa analisi, l'1,4-diossano ha mostrato una maggior abbondanza con la sorgente Hydrolnert ma un rapporto S/N simile ai risultati relativi alla sorgente extractor (Figura 7). Non tutti i composti, le matrici o le analisi avranno risultati uguali o aumentati, e i test devono essere eseguiti in una capacità limitata prima di convertire diversi strumenti all'idrogeno.

Per sondare la sensibilità della sorgente Hydrolnert con H₂ come gas di trasporto, è stato ottenuto octafluoronaftalene (OFN) a 10 fg/μL (codice 5190-0585) per test di sensibilità con GC/MS/MS. Per il sistema GC/MS/MS a quadrupolo tandem, 4 fg è il limite di rivelabilità dello strumento (IDL) massimo consentito e valori pari o inferiori a 4,0 fg sono considerati indicativi di superamento del test. Sono stati ottenuti quattro insiemi di dati di 12 iniezioni OFN per valutare l'IDL della sorgente Hydrolnert con H₂ come gas di trasporto installata su un GC 8890 e un sistema GC/MS a triplo quadrupolo 7000E. I quattro valori di IDL sono stati 2,1, 4,0, 2,0 e 3,5 fg, per un IDL medio di 2,9 fg, e superano tutti i criteri.

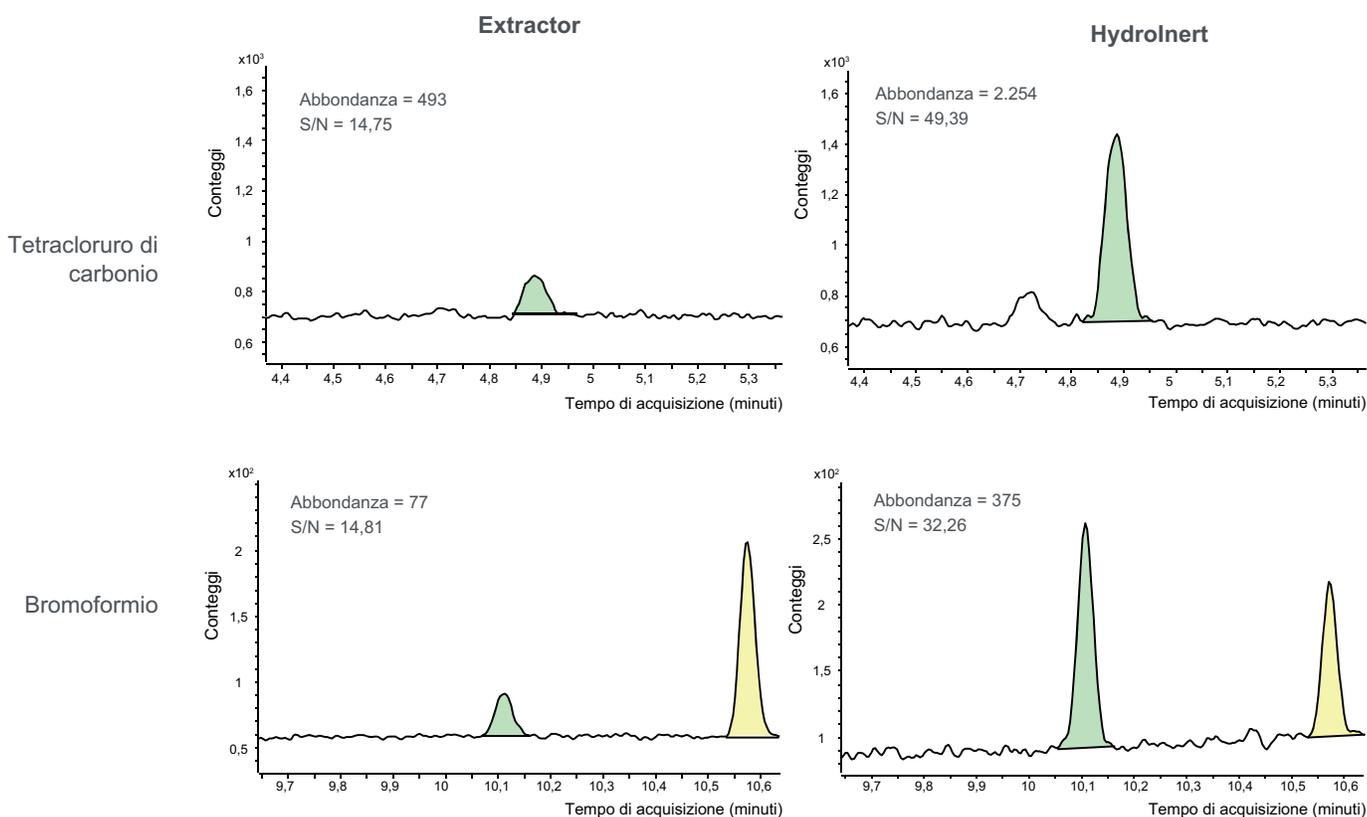


Figura 6. Confronto tra gli EIC ottenuti con la sorgente Agilent Hydrolnert e con la sorgente extractor per il tetracloruro di carbonio e il bromoformio usando l'idrogeno come gas di trasporto, con attenzione all'abbondanza e al rapporto S/N.

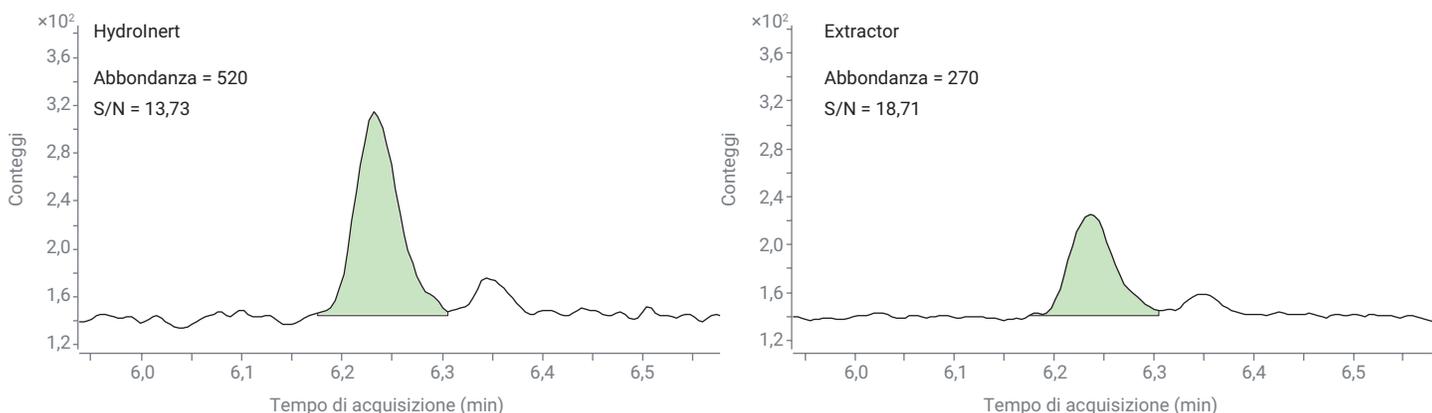


Figura 7. Confronto tra gli EIC ottenuti con la sorgente Agilent HydroInert e con la sorgente extractor per 1,4-diossano usando l'idrogeno come gas di trasporto, con attenzione all'abbondanza e al rapporto S/N.

Applicazioni testate

È stato selezionato un gruppo di applicazioni per valutare la sorgente HydroInert con analisi GC/MS e GC/MS/MS con H₂. Le sezioni seguenti evidenziano i risultati dell'uso dell'H₂ come gas di trasporto e della sorgente HydroInert per l'analisi di SVOC, pesticidi, IPA e altri composti. In base all'analisi, è stata generata la Tabella 3 per riassumere le prestazioni di un sistema Inert Plus

HydroInert rispetto al sistema Inert Plus normale usando H₂ come gas di trasporto. I risultati sono stati identificati come "non accettabili" se gli spettri di massa presentavano cambiamenti nella distribuzione dei frammenti ionici e identificazione errata dei composti a causa di degradazione, idrogenazione o dechlorazione. Alcune applicazioni presentano risultati comparabili in termini di qualità dello spettro di massa tra il sistema GC/MS "normale" e il sistema

HydroInert usando le rispettive lenti di estrazione da 9 mm, come nel caso delle analisi di idrocarburi e IPA, e sono state identificate come applicazioni "neutre". Le applicazioni sono state identificate come aventi risultati "differenzianti" quando la sorgente HydroInert (in presenza di H₂ come gas di trasporto) ha conservato la qualità dello spettro di massa e i composti sono stati identificati correttamente con una libreria basata sull'elio come riferimento.

Tabella 3. Classi di composti testati, inclusi esempi di composti, con le relative capacità prestazionali utilizzando l'idrogeno come gas di trasporto con una sorgente Inert Plus classica e con la sorgente Agilent HydroInert.

Classe del composto	Composto/i esemplificativo/i	H ₂ come gas di trasporto + sorgente GC/MS normale	H ₂ come gas di trasporto + sorgente HydroInert
Composti azotati	Nitrobenzene, fenitroion, etalfuralina	Non accettabile	Differenziante
Composti fortemente clorurati	DDT, endrin, eptacloro, composti del BHC, pentaclorofenolo	Non accettabile	Differenziante
IPA	Benzo(b)fluorantene, benzo(g,h,i)perilene, fluorantene	Neutra	Neutra
Alcani >C ₂₄	Tetracosano (C ₂₄), ottatriacontano (C ₃₈)	Neutra	Neutra
Pesticidi	Deltametrina, fipronil, permetrina, captano	Non accettabile	Differenziante
Aromi/Composti aromatici	Muschio chetone, abelmosco, linalolo	Non accettabile	Differenziante
VOC	1,4-diossano, triclorometano, bromodichlorometano	Neutra	Differenziante

- "Non accettabile" è stato dichiarato quando è stata osservata imprecisione dello spettro di massa o identificazione errata del composto.
- "Neutra" è stato indicato quando i risultati erano simili per il sistema GC/MS normale e per la sorgente HydroInert in presenza di idrogeno come gas di trasporto.
- "Differenziante" è stato affermato quando la sorgente HydroInert ha preservato la qualità dello spettro di massa e i composti sono stati identificati correttamente con una libreria basata sull'elio come riferimento.

Idrocarburi

Una "scala" di idrocarburi da *n*-decano (C_{10}) a *n*-ottatriacontano (C_{38}) può essere usata per valutare i punti freddi e l'attività in un sistema GC/MS, dove i composti ad alto peso molecolare avranno una forma del picco scadente e un fattore di scodamento significativo ($>2,0$), specialmente quando si usa H_2 come gas di trasporto. Nello specifico, per il confronto tra la sorgente extractor esistente e la sorgente Hydrolnert, il fattore di scodamento di ogni picco di idrocarburi a catena lineare è stato riesaminato per verificare che la sorgente Hydrolnert non mostrasse una forma del picco peggiore. La TIC ottenuta con Hydrolnert è mostrato in Figura 8A e la TIC con la sorgente extractor esistente per gli idrocarburi è mostrata in Figura 8B. Il confronto delle TIC mostra uno scodamento dei picchi significativo per la sorgente extractor con H_2 come gas di trasporto a partire da C_{22} (fattore di scodamento di 1,27), che aumenta fino al fattore di scodamento di 2,1 per C_{26} e continua ad aumentare fino allo scodamento estremo con C_{38} (fattore di scodamento di 10,2). Al contempo, la TIC per i dati ottenuti con la sorgente Hydrolnert mostra una forma dei picchi migliore, con fattori di scodamento compresi tra 0,6 e 0,9, dove il fattore di scodamento ideale è 1,0. La migliore forma dei picchi ottenuta con la sorgente Hydrolnert e H_2 come gas di trasporto indica stabilità termica e minore attività nello spettrometro di massa rispetto a quanto osservato per la sorgente extractor esistente con H_2 come gas di trasporto.

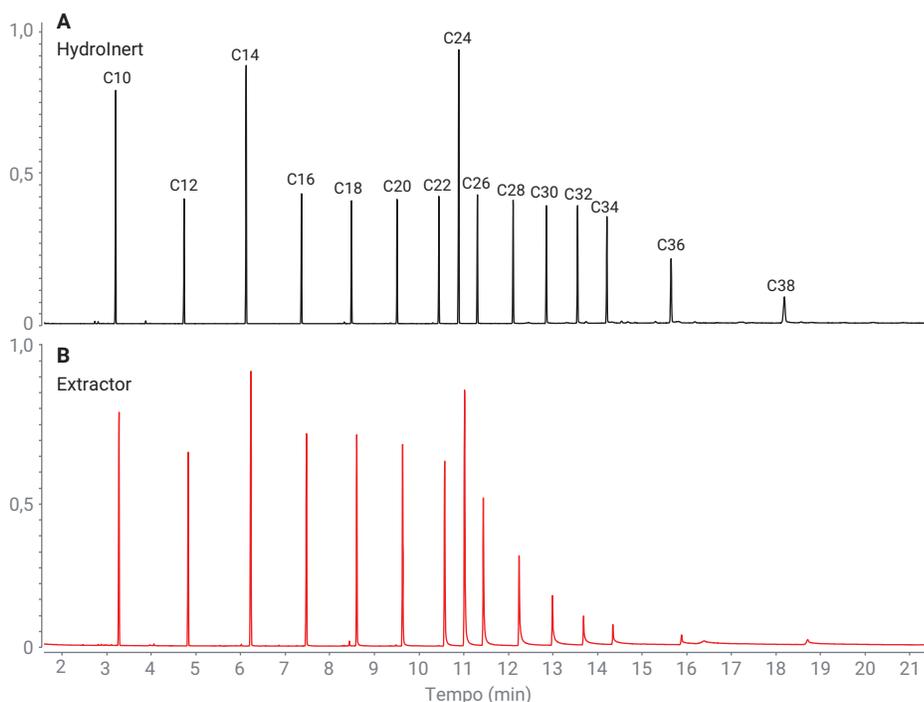


Figura 8. TIC di idrocarburi a catena lineare da *n*-decano (C_{10}) a *n*-ottatriacontano (C_{38}) per rappresentare visivamente lo scodamento osservato (o la sua assenza) usando l'idrogeno come gas di trasporto con (A) la sorgente Agilent Hydrolnert e (B) la sorgente extractor esistente.

Analisi di composti semivolatili: EPA 8270 e IPA

Il metodo dell'EPA statunitense 8270 (versioni 8270D e 8270E) contiene un elenco di oltre 200 composti analizzabili mediante GC/MS in estratti di rifiuti solidi, terreno, aria e acqua.^{3,4} Il metodo 8270 include SVOC appartenenti a diverse classi di analiti, da composti acidi, basici e neutri a IPA; per comprendere l'intervallo di applicazione e il limite della sorgente Hydrolnert sono stati testati analiti EPA 8270, per via dell'ampia gamma di classi di composti e di usi applicativi nei laboratori. La miscela di screening della Tabella 2 è composta da molti composti semivolatili presenti nell'elenco del metodo EPA 8270, che mostra la ritenzione dei frammenti con spettro di massa previsto con LMS elevati quando confrontati con una libreria basata su elio, come la NIST. Inoltre, la Figura 10 confronta la sorgente extractor (in alto) e la sorgente Hydrolnert (in basso) per una miscela di 68 SVOC e IPA usando H_2 come gas di trasporto e mostra un'eccellente

forma dei picchi e una forma dei picchi migliore per la sorgente Hydrolnert rispetto alla sorgente extractor.

Una componente fondamentale di EPA 8270 è il criterio di calibrazione associato ai rapporti tra gli ioni della decafluorotriphenilfosfina (DFTPP). Il metodo EPA 8270 è stato testato sul sistema GC/MS/MS, dove l'algoritmo Etune è usato come calibrazione raccomandata (come osservato in una precedente nota applicativa).⁵ Per il sistema GC/MS a singolo quadrupolo, i criteri per il rapporto tra gli ioni della DFTPP dalla Tabella 3 del metodo EPA 8270E e del metodo EPA 8270D sono stati usati per testare la sorgente Hydrolnert con H_2 come gas di trasporto.^{3,4} Il metodo EPA 8270D include più criteri per il rapporto tra gli ioni rispetto a EPA 8270E, che rispecchia la tabella dei criteri EPA 525. La Tabella 4 riassume le abbondanze relative dei rapporti tra gli ioni della DFTPP a 25 ng/ μ L, i criteri del metodo e se le abbondanze relative misurate corrispondevano ai criteri; tutte le abbondanze relative misurate superano i criteri del rapporto tra gli ioni indicati sia da 8270E che da 8270D.

Vi sono sempre timori sulla sensibilità e sul mantenimento dei fattori di risposta (RF) sia per i sistemi a singolo quadrupolo che a triplo quadrupolo quando si modifica il gas di trasporto di un'analisi dall'elio all'idrogeno. La Tabella 5 elenca i valori RF dalla Tabella 4 del metodo EPA 8270E (criteri guida), i valori RF da un'analisi GC/MS con elio come gas di trasporto, i valori RF per un'analisi GC/MS con sorgente Hydrolnert e idrogeno come gas di trasporto e i valori RF per l'analisi GC/MS/MS con sorgente Hydrolnert e idrogeno come gas di trasporto. Tutti i sistemi di analisi usavano lenti di estrazione da 9 mm, indipendentemente dal tipo di sorgente (ad esempio la sorgente Hydrolnert aveva una lente di estrazione Hydrolnert da 9 mm). I valori RF dalla Tabella 4 del metodo EPA 8270E sono criteri guida e non requisiti per superare il metodo, ma idealmente i valori RF dovrebbero essere simili a questi valori guida. Per l'analisi GC/MS con He, due composti hanno RF inferiori ai criteri guida: esacloroetano e N-nitroso-di-*n*-propilammina. Per l'analisi GC/MS con Hydrolnert e H₂, cinque altri composti hanno RF inferiori ai criteri guida e quattro sono entro 0,1 punti. Ad esempio, il criterio guida per il valore RF di bis(2-cloroetil) etere è di 0,7 e il valore RF per GC/MS con Hydrolnert e H₂ era di 0,6. Per l'analisi GC/MS/MS con Hydrolnert e H₂, c'erano 15 composti con valori RF inferiori in più che per il sistema GC/MS con He, ma il sistema GC/MS/MS è anche in grado di analizzare livelli di concentrazione più bassi fino a 20 pg/μL, mentre il normale intervallo di calibrazione è da 100 pg/μL a 100 ng/μL. Per quanto riguarda la sensibilità, sono stati analizzati 96 composti in una precedente applicazione per EPA 8270 con He come gas di trasporto su GC/MS.⁶ Confrontando questi composti con lo stesso gruppo analizzato usando la sorgente Hydrolnert e H₂ come gas di trasporto (sempre GC/MS), solo cinque composti avevano una linearità più ristretta: esaclorobutadiene, 2,6-dinitrotoluene, dietilftalato, 2,4-dinitrotoluene e pentaclorofenolo, di cui i primi tre erano inferiori di un livello di concentrazione, che iniziava a 200 pg/μL invece che a 100 pg/μL, e l'intervallo di calibrazione del 2,4-dinitrotoluene era di 0,1-75 ng/μL per l'analisi con Hydrolnert e H₂. L'intervallo di concentrazione del

Tabella 4. Ioni di DFTPP, criteri di abbondanza dal metodo EPA 8270D e 8270E,^{3,4} abbondanza relativa misurata e superamento/non superamento dell'abbondanza relativa.

Massa target (m/z)	Criteri di abbondanza degli ioni	Abbondanza relativa misurata	Superato/ Non superato
51	*Dal 10 all'80% di m/z 198	11,4%	Superato
68	<2% di m/z 69	1,7%	Superato
69	Presente	27,2%	Superato
70	<2% di m/z 69	1,0%	Superato
127	*Dal 10 all'80% di m/z 198	31,1%	Superato
197	<2% di m/z 198	0,1%	Superato
198	Picco base o presente *o >50% di m/z 442	73,7%	Superato
199	Dal 5 al 9% di m/z 198	7,4%	Superato
275	Dal 10 al 60% del picco base	29,2%	Superato
365	>1% del picco base	3,5%	Superato
441	<150% di m/z 443 *presente, ma <24% di 442	86,4% *16,7%	Superato
442	Picco base o presente *o >50% di m/z 198	100% (picco base)	Superato
443	Dal 15 al 24% di m/z 442	23,4%	Superato

* Indica una differenza tra i requisiti del metodo EPA 8270D e quelli del metodo EPA 8270E.

Tabella 5. Fattori di risposta (RF) per composti selezionati dal metodo EPA 8270E (Tabella 4 del metodo EPA)⁴, analisi GC/MS a singolo quadrupolo con He come gas di trasporto, analisi GC/MS a singolo quadrupolo con sorgente Agilent Hydrolnert e H₂ come gas di trasporto e analisi GC/MS/MS a quadrupolo tandem con sorgente Hydrolnert e H₂ come gas di trasporto.

Composto	Fattore di risposta (RF) dal metodo EPA 8270E ⁴	RF GC/MS con He	RF GC/MS Hydrolnert con H ₂	RF GC/MS/MS Hydrolnert con H ₂
Acenafte	0,9	1,3	1,1	0,2
Acenafilene	0,9	1,9	1,4	0,1
Acetofenone	0,01	1,2	0,4	1,0
Antracene	0,7	1,1	1,0	0,9
Benzo(a)antracene	0,8	1,4	1,5	1,0
Benzo[a]pirene	0,7	1,2	0,9	0,9
Benzo[b]fluorantene	0,7	1,4	1,2	1,2
Benzo(g,h,i)perilene	0,5	1,1	1,0	1,3
Benzo(k)fluorantene	0,7	1,2	1,2	1,3
Bis(2-cloroetossi)metano	0,3	0,4	0,3	0,7
Bis(2-cloroetil)etere	0,7	0,8	0,6	0,5
Bis-(2-etilesil)ftalato	0,01	0,8	0,5	0,2
4-bromofenil-fenil etere	0,1	0,3	0,2	0,2
Butil benzil ftalato	0,01	0,6	0,3	0,1
4-cloroanilina	0,01	0,4	0,4	0,6
4-cloro-3-metilfenolo	0,2	0,3	0,2	0,4
2-cloronaftalene	0,8	2,4	1,0	0,8
2-clorofenolo	0,8	0,8	0,7	0,5
4-clorofenil-fenil etere	0,4	0,7	0,5	0,3
Crisene	0,7	1,2	1,1	0,4
Dibenzo[a,h]antracene	0,4	1,1	1,0	0,2
Dibenzofurano	0,8	1,7	1,5	1,4

pentaclorofenolo inizia a 500 pg/μL con l'analisi GC/MS con HydroInert e H₂, invece che a 100 pg/μL. Per l'acido benzoico, HydroInert con H₂ come gas di trasporto ha mostrato lo stesso intervallo di calibrazione da 0,8 a 100 ng/μL ottenuto con He come gas di trasporto. L'H₂ come gas di trasporto in abbinamento alla sorgente HydroInert mantiene la sensibilità in quanto la maggior parte dei composti semivolatili testati viene normalmente osservata con l'He come gas di trasporto.

Composto	Fattore di risposta (RF) dal metodo EPA 8270E ⁴	RF GC/MS con He	RF GC/MS HydroInert con H ₂	RF GC/MS/MS HydroInert con H ₂
Di- <i>n</i> -butilftalato	0,01	1,3	0,8	0,8
3,3'-diclorobenzidina	0,01	0,5	0,4	0,1
2,4-diclorofenolo	0,2	0,3	0,2	0,4
Dietilftalato	0,01	1,4	1,0	0,6
Dimetilftalato	0,01	1,4	1,0	0,8
2,4-dimetilfenolo	0,2	0,3	0,3	0,4
4,6-dinitro-2-metilfenolo	0,01	0,2	0,1	0,01
2,4-dinitrofenolo	0,01	0,2	0,1	0,02
2,4-dinitrotoluene	0,2	0,4	0,2	0,03
2,6-dinitrotoluene	0,2	0,3	0,2	0,03
Di- <i>n</i> -ottilftalato	0,01	1,3	0,8	0,4
Fluorantene	0,6	1,2	1,2	0,4
Fluorene	0,9	1,3	1,2	1,4
Esaclorobenzene	0,1	0,3	0,3	0,4
Esaclorobutadiene	0,01	0,2	0,2	0,4
Esaclorociclopentadiene	0,05	0,3	0,1	0,03
Esacloroetano	0,3	0,2	0,1	0,14
Indeno(1,2,3-cd)pirene	0,5	1,2	1,2	1,0
Isoforone	0,4	0,6	0,4	0,3
2-metilnaftalene	0,4	0,7	0,7	1,7
2-metilfenolo	0,7	0,7	0,6	0,5
4-metilfenolo	0,6	1,0	0,3	0,7
Naftalene	0,7	1,1	1	0,9
2-nitroanilina	0,01	0,4	0,23	0,05
3-nitroanilina	0,01	0,3	0,18	0,03
4-nitroanilina	0,01	0,3	0,21	0,13
Nitrobenzene	0,2	0,3	0,2	0,3
2-nitrofenolo	0,1	0,2	0,11	0,1
4-nitrofenolo	0,01	0,2	0,14	0,05
N-nitroso-di- <i>n</i> -propilammina	0,5	0,4	0,4	0,03
N-nitrosodifenilammina	0,01	2,05	0,9	2,3
2,2'-ossibis-(1-cloropropano)	0,01	0,45	0,54	0,03
Pentaclorofenolo	0,05	0,18	0,1	0,1
Fenantrene	0,7	1,2	1,1	1,1
Fenolo	0,8	0,9	0,7	0,3
Pirene	0,6	1,3	1,2	0,4
1,2,4,5-tetraclorobenzene	0,01	0,38	0,31	0,23
2,3,4,6-tetraclorofenolo	0,01	0,36	0,17	0,07
2,4,5-triclorofenolo	0,2	0,3	0,3	0,2
2,4,6-triclorofenolo	0,2	0,3	0,2	0,2

Un altro esempio della ritenzione della linearità è mostrato nella Figura 9, che confronta la linearità per il nitrobenzene in He come gas di trasporto (Figura 9A, in alto) e in H₂ come gas di trasporto con sorgente Hydrolnert (Figura 9B, in basso). Le percentuali medie di deviazione standard relativa (RSD) dell'RF sono notevolmente simili tra He e H₂ + sorgente Hydrolnert, con il 6,33% di RSD per l'He e il 6,59% di RSD per H₂ come gas di trasporto e sorgente Hydrolnert.

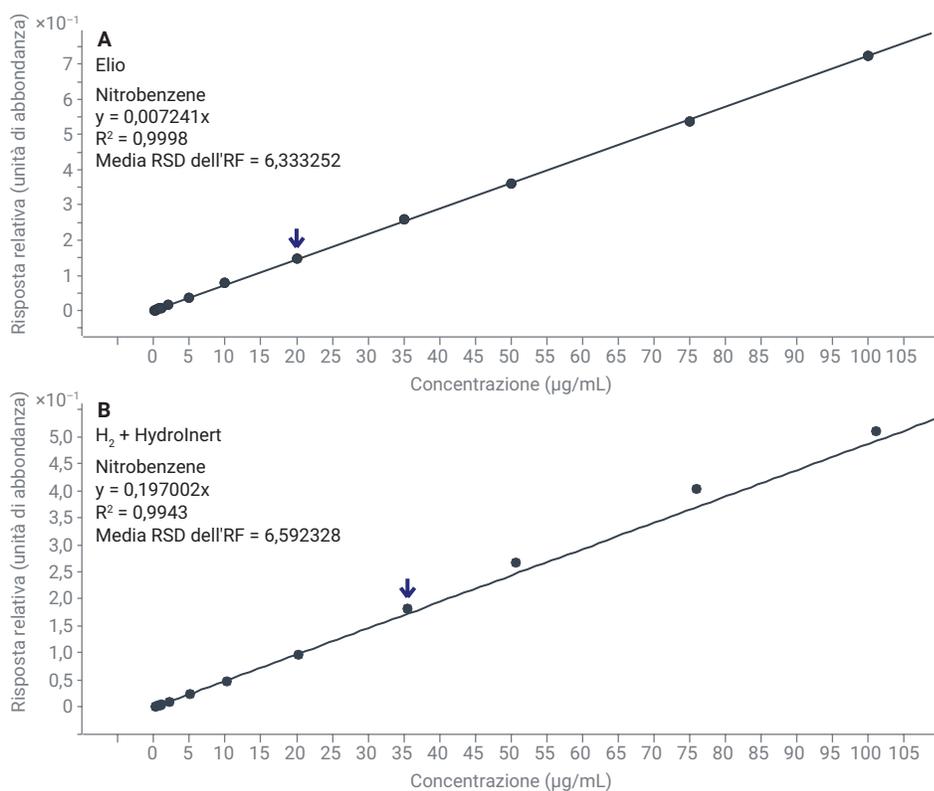


Figura 9. Linearità del nitrobenzene (da 0,1 a 100 ng/µL) acquisita su un sistema GC/MS in (A) He e (B) H₂ come gas di trasporto, con la sorgente Agilent Hydrolnert.

Gli IPA sono una classe di composti per la quale si è passati all'analisi con H₂ mediante GC/MS e GC/MS/MS, in quanto si tratta di idrocarburi aromatici molto stabili.⁷ Sono anche stati testati con la sorgente Hydrolnert. Usando la sorgente Hydrolnert con H₂ come gas di trasporto, è stato osservato un miglioramento della forma dei picchi e della risoluzione rispetto a quando è stata utilizzata una sorgente extractor con lo stesso metodo e le stesse condizioni relative al gas di trasporto, come mostrato nelle Figure 10 e 11. Questo era particolarmente evidente con gli IPA che eluiscono per ultimi, come benzo(b)fluorantene, benzo(k)fluorantene e benzo(g,h,i)perilene (Figura 11).

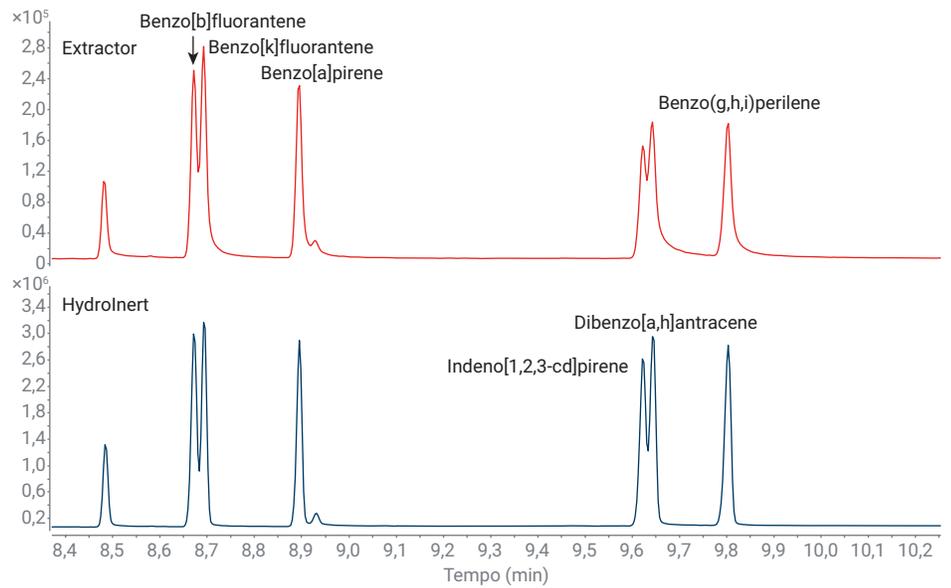


Figura 11. Ingrandimento della regione degli IPA che eluiscono per ultimi per confrontare la forma dei picchi e la risoluzione di questi composti usando H₂ come gas di trasporto con una sorgente extractor e con la sorgente Agilent Hydrolnert a 50 ng/μL.

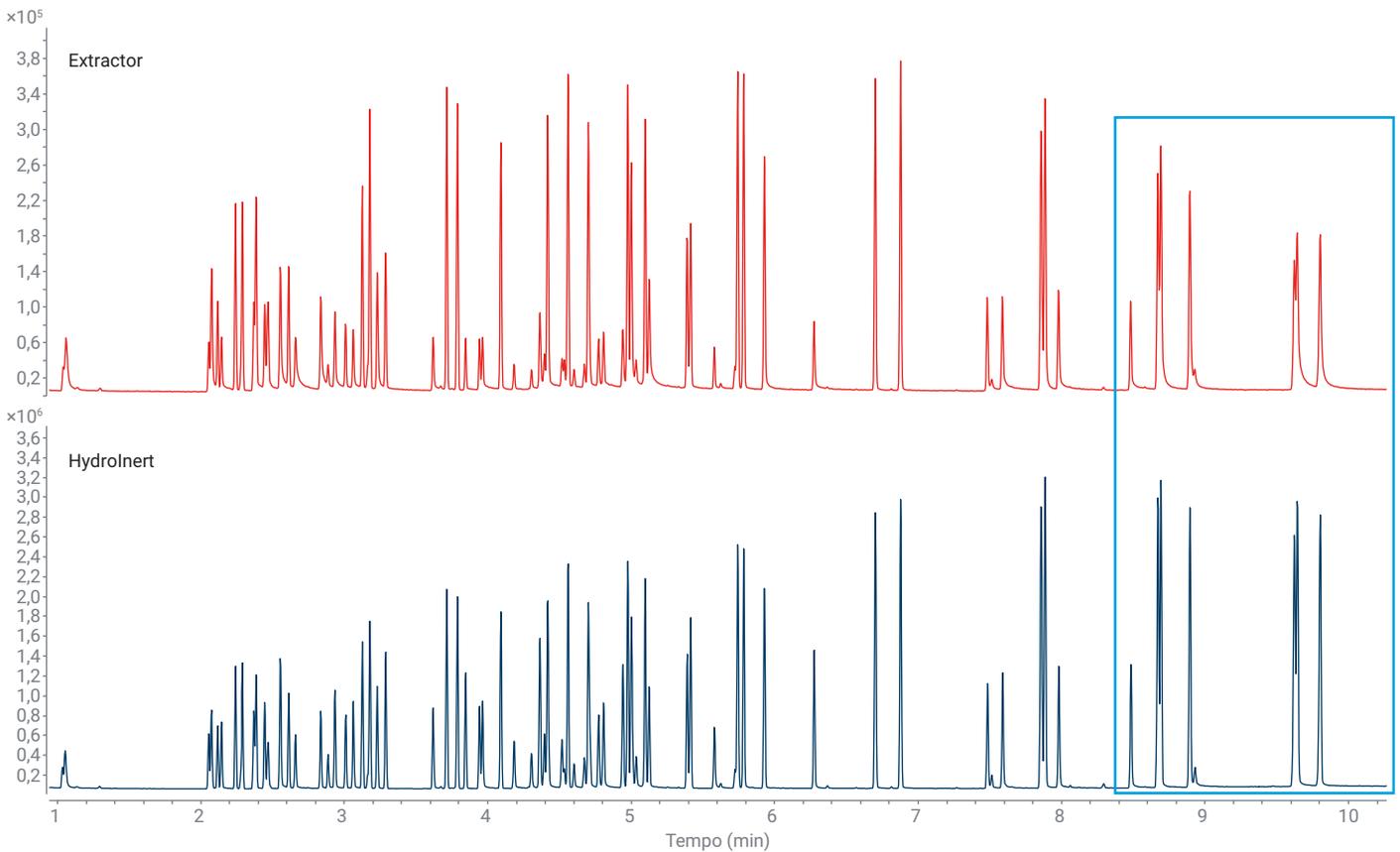


Figura 10. Confronto della forma dei picchi e della risoluzione per l'H₂ come gas di trasporto con una sorgente extractor e con la sorgente Agilent Hydrolnert per un insieme di 68 analiti target per il metodo EPA 8270 a 50 ng/μL.

Analisi dei pesticidi

Per l'analisi dei pesticidi, è stata configurato un backflush a metà colonna in un GC 8890 e un GC/MS 7000E a triplo quadrupolo con due colonne per GC HP-5ms Ultra Inert da 20 m × 0,18 mm, 0,18 µm, collegate attraverso un raccordo purged Ultimate Agilent (PUU), H₂ come gas di trasporto e sorgente HydroInert. Questo insieme di colonne che utilizzava H₂ come gas di trasporto ha permesso l'uso del database Agilent di monitoraggio di reazioni multiple (MRM) per pesticidi e inquinanti ambientali per tempi di ritenzione e transizioni MRM, database che era stato originariamente acquisito su una colonna per GC HP-5ms Ultra Inert da 15 × 15 m (0,25 mm × 0,25 µm) con He come gas di trasporto. La configurazione da 20 × 20 m prevedeva un blocco del tempo di ritenzione. Diversi gruppi di standard di pesticidi sono stati testati per valutare gli spettri di massa di varie classi di composti comunemente osservate nell'analisi dei pesticidi, come i composti azotati e i composti fortemente clorurati. Sono esempi di pesticidi di queste miscele deltametrina, etalfuralina, fipronil, ciflutrin, permetrina, captano, parathion, endrin ed eptacloro. Le miscele di pesticidi sono state testate con H₂ come gas di trasporto usando una sorgente Inert Plus con lente di estrazione da 3 mm, la lente di estrazione raccomandata per l'analisi dei pesticidi in tracce in He, e usando una sorgente HydroInert con una lente di estrazione da 9 mm. Il primo ciclo di analisi ha utilizzato la modalità Scan per l'acquisizione per comprendere se i profili di frammentazione fossero conservati per diversi pesticidi con H₂ come gas di trasporto, se le abbondanze degli ioni cambiassero o se nuovi ioni prodotto di idrogenazione fossero identificati in entrambi i tipi di sorgente. L'etalfuralina contiene due gruppi azotati e una variazione degli ioni più abbondanti, meglio visualizzata sovrapponendo i cinque EIC principali; il confronto tra le sorgenti è mostrato in Figura 12. I cinque ioni più abbondanti per l'etalfuralina, dallo spettro di massa acquisito con elio, sono quelli con *m/z* 55, 276, 56, 316 e 292. Se i gruppi azotati vengono idrogenati nella

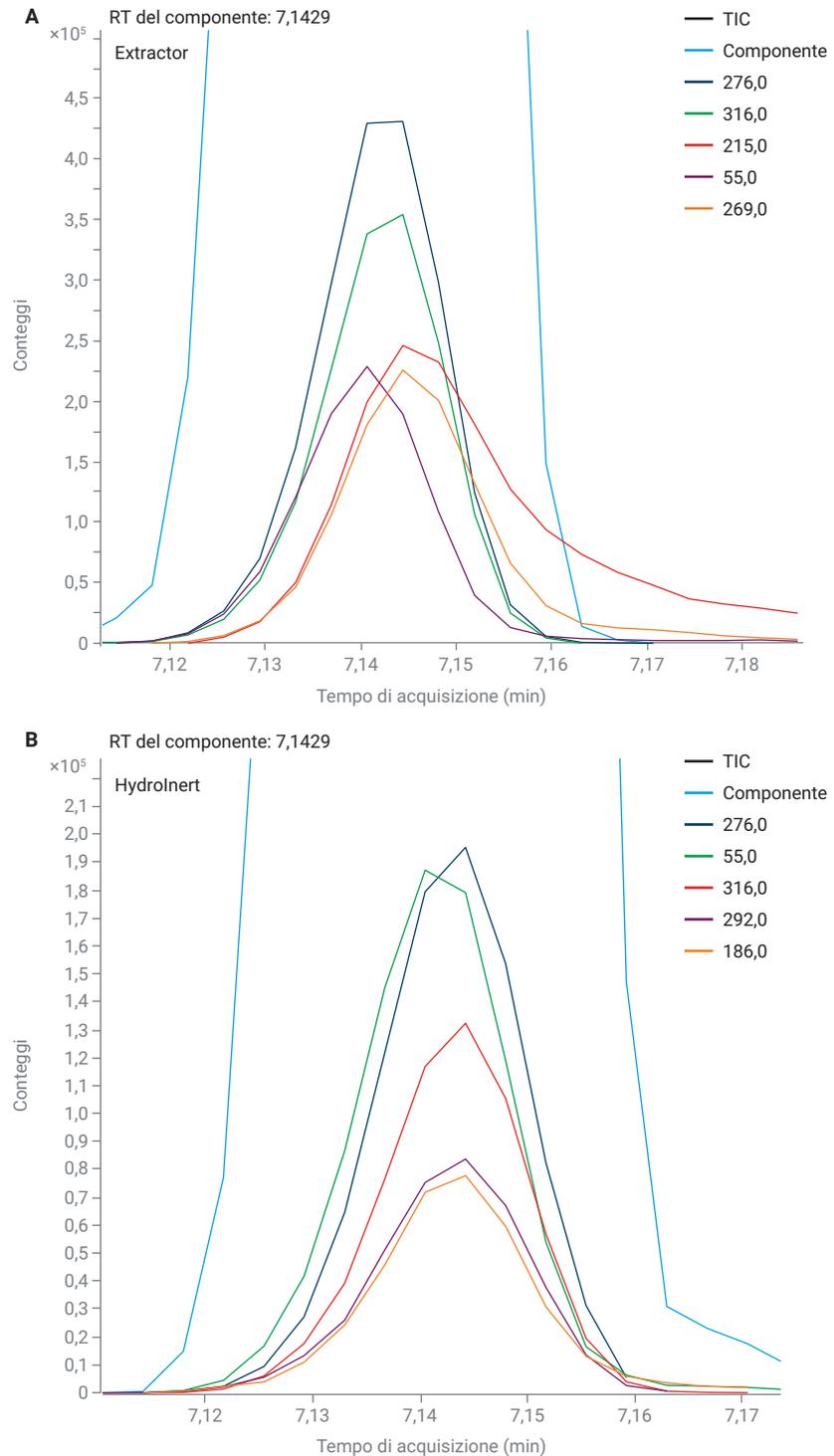


Figura 12. EIC dei cinque ioni più abbondanti per l'etalfuralina con H₂ come gas di trasporto e (A) sorgente extractor con lente di estrazione da 3 mm e (B) sorgente Agilent HydroInert con lente di estrazione da 9 mm.

sorgente, lo spettro di massa presenta un contributo significativo di m/z 269, che non è uno ione significativo nello spettro di massa di riferimento ottenuto con He. Per l' H_2 come gas di trasporto con la sorgente extractor (Inert Plus), la Figura 12A mostra i cinque ioni più abbondanti, che includono quelli con m/z 269 e 215, e indicano idrogenazione nella sorgente; si ha anche un riarrangiamento degli ioni più abbondanti, dove m/z 55 viene soppresso al quarto più abbondante, con salita della posizione di m/z 316 e inclusione di m/z 215, che rappresenta un piccolo contributo nel normale spettro ottenuto con He. Per contro, la Figura 12B dello stesso esperimento con la sorgente HydroInert non ha m/z 269 tra i cinque ioni più abbondanti, il che indica l'assenza di idrogenazione. La ritenzione dell'abbondanza prevista degli ioni con

la sorgente HydroInert in presenza di H_2 permette agli sviluppatori di metodi di usare le stesse transizioni MRM o il monitoraggio di singoli ioni (SIM) e richiederebbe meno tempo nel passaggio a idrogeno come gas di trasporto.

Un altro esempio di differenza tra la sorgente extractor e la sorgente HydroInert con H_2 come gas di trasporto è offerto dalla deltametrina. La deltametrina è uno dei pesticidi con una struttura di tipo ciano(4-fenossifenil)metil-2,2-dimetilciclopropancarbossilato; i composti di questa classe hanno gruppi funzionali diversi dopo la struttura ciclopropanica. Questi composti condividono anche un punto di cleavage a livello del legame C-O del gruppo estere con un frammento principale associato a m/z 209, una struttura di tipo *m*-fenossifenilacetoneitrile. Questo frammento con m/z 209 compare

tipicamente nello spettro di massa della deltametrina, ma con un'abbondanza inferiore. I risultati della deltametrina ottenuti con l'acquisizione Scan sono stati riesaminati con il software di analisi delle sostanze incognite MassHunter e, in alcuni casi, la deltametrina non è stata identificata al tempo di ritenzione tipico di 18,17 minuti con la sorgente extractor. È stato invece identificato *m*-fenossifenilacetoneitrile, come mostrato in Figura 13A, con un'elevata abbondanza di m/z 209 e nessuna abbondanza di ioni con m/z 253. In alcune altre analisi con la sorgente extractor, la deltametrina è stata identificata (Figura 13B), ma con LMS nell'intervallo intorno a 70 e un'elevata abbondanza di m/z 209. Nella Figura 13C, la deltametrina è stata identificata con valori LMS tra 91 e 94 e lo spettro di massa deconvoluto è notevolmente simile allo spettro della libreria NIST (He) in basso.

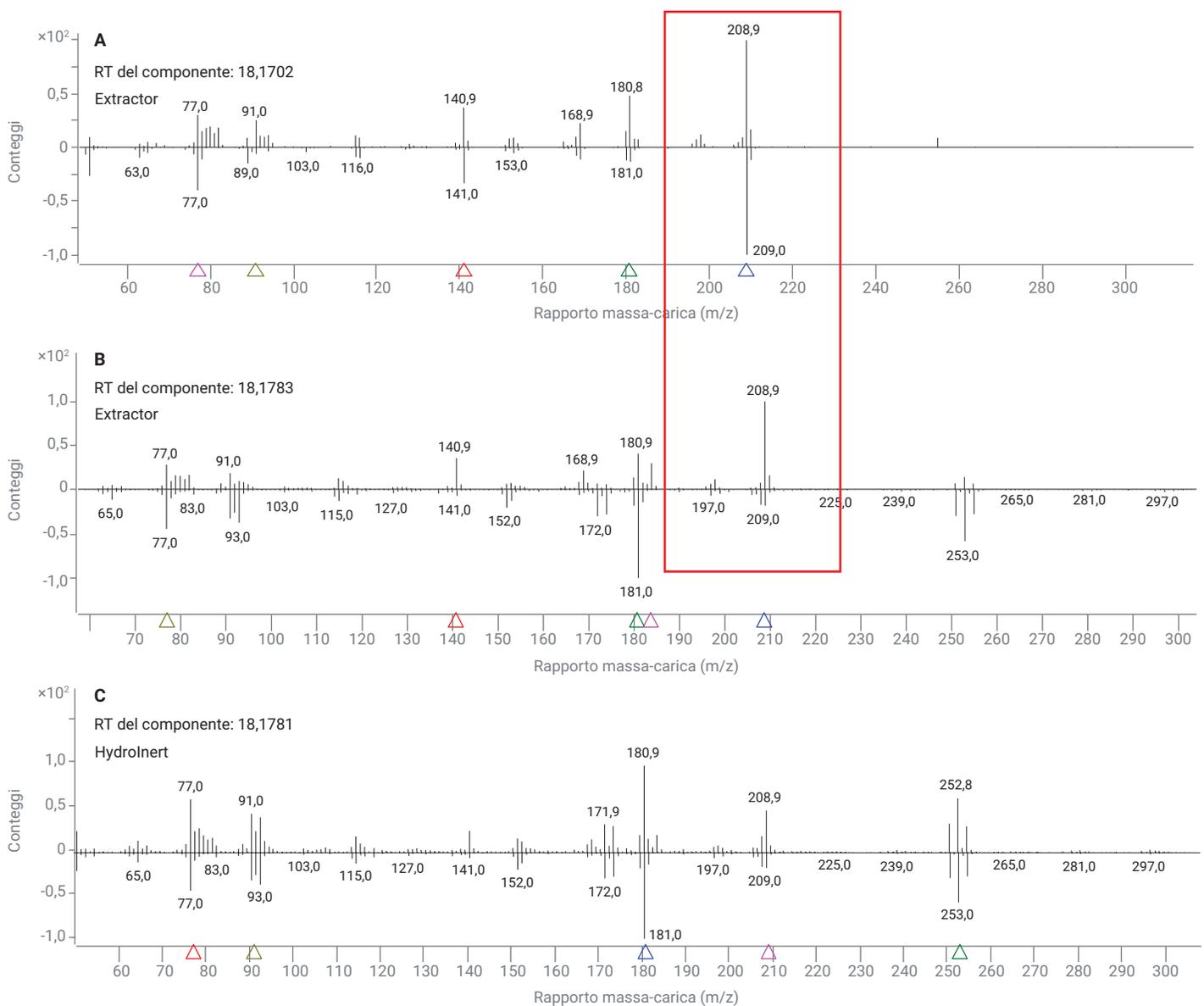


Figura 13. Confronto testa-coda tra lo spettro di massa deconvoluto (in alto in ciascuna sottofigura) e lo spettro di massa della libreria NIST17.L (in basso in ciascuna sottofigura) per la deltametrina con H₂ come gas di trasporto e (A) sorgente extractor con lente di estrazione da 3 mm, analisi 1, (B) sorgente extractor con lente di estrazione da 3 mm, analisi 2, e (C) sorgente Agilent HydroInert con lente di estrazione da 9 mm.

Composti organici volatili (VOC)

Per i VOC, è raccomandata una lente di estrazione HydroInert da 6 mm, ma una possibile opzione è rappresentata anche da una lente di estrazione HydroInert da 9 mm. È stato sviluppato un metodo per l'identificazione e la quantificazione rapida di composti volatili a bassi livelli di $\mu\text{g/L}$ in campioni di acqua. La combinazione di campionatore per spazio di testa Agilent 8697, GC 8890 e GC/MSD 5977C, usando H_2 come gas di trasporto e la nuova sorgente EI HydroInert, offre questa capacità per molti composti volatili in acqua. L'approccio in spazio di testa

fornisce spesso un'alternativa più semplice al campionamento purge & trap, se i regolamenti locali lo consentono. I dati in Figura 14 sono stati ottenuti in modalità Scan per screening ad ampio raggio con conferma spettrale, in quanto è possibile misurare livelli inferiori con l'acquisizione SIM di target selezionati. L'identificazione dei quattro trialometani con i relativi ioni più abbondanti previsti mostra la capacità della sorgente HydroInert di impedire la dealogenazione in presenza di H_2 come gas di trasporto. Inoltre, la Tabella 6 elenca i valori LMS ottenuti confrontando gli spettri deconvoluti con la libreria NIST. Punteggi di corrispondenza pari o superiori a 80 indicano un'eccellente ritenzione del

normale pattern di frammentazione in H_2 come gas di trasporto con la sorgente HydroInert, se si esegue un confronto con gli spettri di massa della libreria NIST, acquisiti con He.

Tabella 6. Punteggi della libreria NIST ottenuta con elio per trialometani a basso livello ($\mu\text{g/L}$) selezionati, analizzati con H_2 come gas di trasporto e la sorgente Agilent HydroInert.

	Tempo di ritenzione (minuti)	LMS NIST
Triclorometano	2,107	93
Bromodichlorometano	2,792	86
Dibromoclorometano	3,526	88
Tribromometano	4,267	80

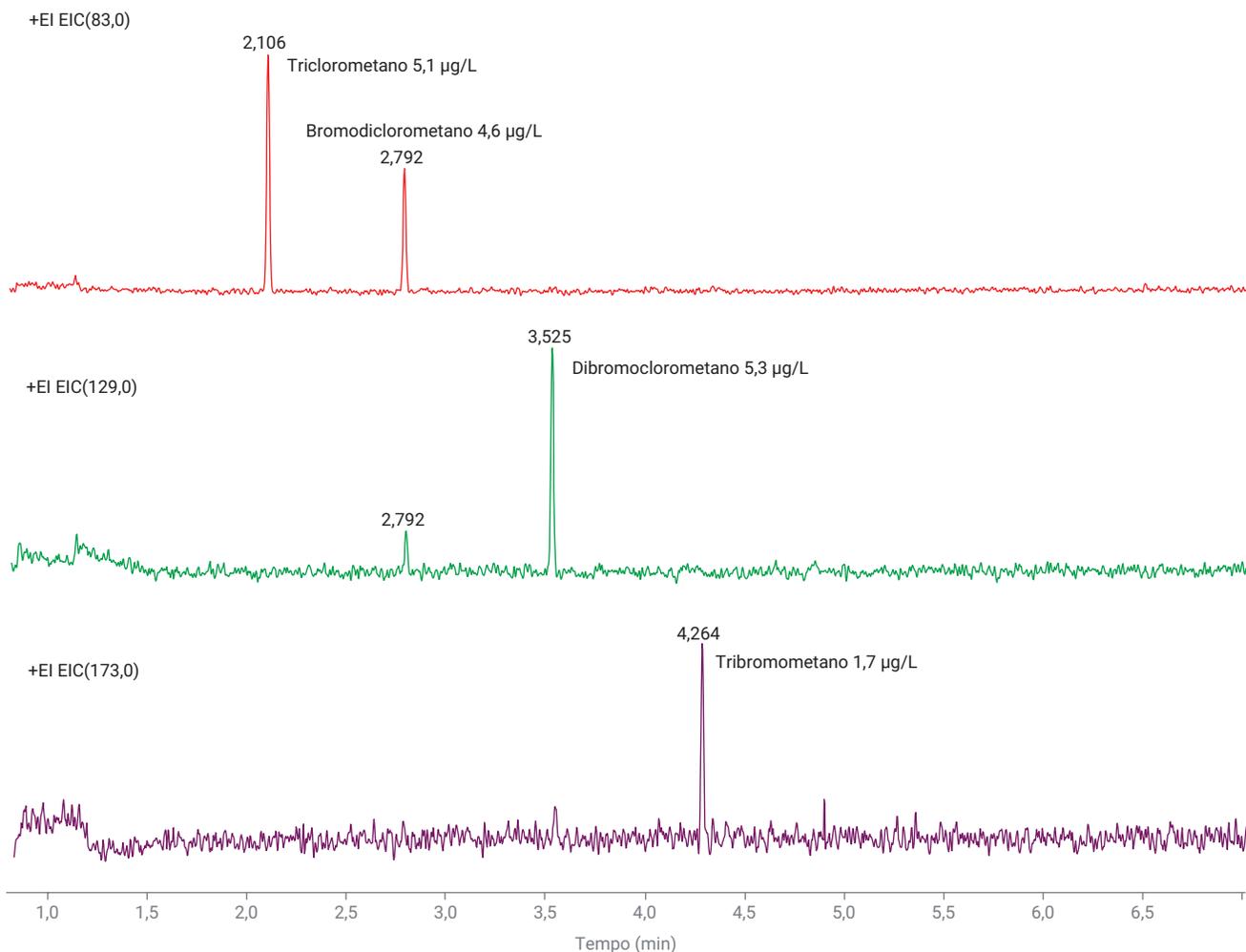


Figura 14. Cromatogrammi degli ioni estratti (EIC) degli ioni con m/z 83, 129 e 173 con identificazione e quantificazione di quattro trialometani nell'analisi eseguita con un sistema HS/GC/MS in spazio di testa con H_2 come gas di trasporto e la sorgente Agilent HydroInert.

Kit di aggiornamento HydroInert e gruppo completo della sorgente

La Figura 15 è un diagramma delle parti separate di una sorgente HydroInert montata, con le parti specifiche per HydroInert evidenziate in viola (parti 17, 12, 3, 4, 10 e 9 se si guarda la figura da sinistra a destra). Inoltre, l'elemento numero 16, il blocco del riscaldatore della sorgente, è specifico per la sorgente HydroInert e presenta "H₂" inciso sul davanti a indicare che la sorgente HydroInert, che è compatibile con H₂ come gas di trasporto, è attualmente installata in uno spettrometro di massa. Tutte le altre parti del diagramma sono uguali a quelle presenti in una sorgente Inert Plus (o di estrazione). La Tabella 7 contiene le parti associate a ogni numero in Figura 15. Le parti 11, 13, 14 e 15 sono inserite sul davanti del blocco del riscaldatore e non sono mostrate singolarmente in questa figura.

Sono disponibili la sorgente HydroInert completa (codice G7078-67930) e il kit di aggiornamento per GC/MSD HydroInert (codice 5505-0083) per il GC/MSD con estrattore Agilent 5977A e il GC/MSD Agilent 5977B Inert Plus esistenti. La sorgente completamente montata è pronta per l'installazione nello spettrometro di massa senza bisogno di sostituire parti di una sorgente esistente, il che sarebbe invece necessario con il kit di aggiornamento per GC/MSD HydroInert. Tutte le parti elencate nella Tabella 8 sono incluse nel kit di aggiornamento per GC/MSD HydroInert. La sorgente HydroInert non è compatibile con modelli più vecchi di spettrometri di massa, come il sistema GC/MSD serie 5975 Agilent, né con sorgenti in acciaio inossidabile o inerti.

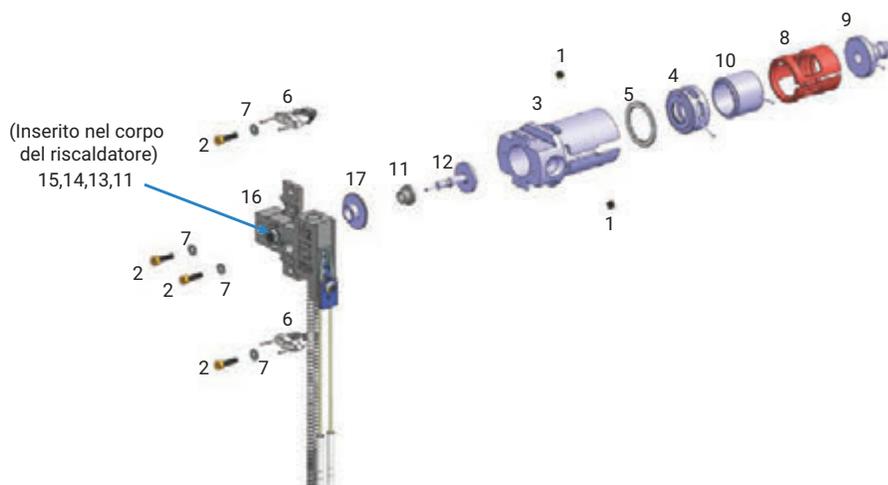


Figura 15. Parti separate di una sorgente Agilent HydroInert montata.

Tabella 7. Elenco delle parti di una sorgente Agilent HydroInert completamente montata per un sistema GC/MS Agilent Inert Plus.

Codice dell'articolo (Figura 15)	Nome della parte	Codice
1	Viti di fissaggio	G3870-20446
2	Viti	G3870-20021
3	Corpo della sorgente extractor*	G7078-20903
4	Lente di estrazione da 9 mm*	G7078-20909
5	Isolatore della lente di estrazione	G3870-20445
6	Filamento	G7005-60061
7	Rondella elastica Rondella piatta	3050-1301 3050-0982
8	Isolatore della lente	G3870-20530
9	Lente di ingresso*	G7078-20904
10	Lente Ion focus*	G7078-20905
11	Isolatore del repeller	G1099-20133
12	Repeller*	G7078-20902
13	Rondella piatta	3050-0891
14	Rondella elastica Belleville	3050-1301
15	Dado del repeller	0535-0071
16	Gruppo riscaldatore/sensore EI H ₂ *	G7078-60910
17	Inserito*	G7078-20901

* Parti specifiche per HydroInert.

Sono disponibili la sorgente completa Hydrolnert (codice G7006-67930) e il kit di aggiornamento per il GC/MS a triplo quadrupolo Hydrolnert (codice 5505-0084) per i sistemi GC/MS a triplo quadrupolo Agilent 7000C/D esistenti. Tutte le parti elencate nella Tabella 9 sono incluse nel kit di aggiornamento per il GC/MS a triplo quadrupolo Hydrolnert. Se un utilizzatore possiede già un GC/MS a triplo quadrupolo 7000C o 7000D Inert Plus, può acquistare un kit di aggiornamento per il GC/MS a triplo quadrupolo Hydrolnert, che include le parti dello spettrometro di massa Hydrolnert indicate nella Figura 15 tranne la lente di ingresso, che è una lente di ingresso estesa, progettata appositamente per i sistemi a quadrupolo tandem.

Se in laboratorio sono presenti più sorgenti, le parti di Hydrolnert devono essere conservate separatamente dalle altre sorgenti e conservate insieme al gruppo riscaldatore/sensore H₂ per una facile identificazione dell'installazione nel sistema MS di una sorgente compatibile con H₂ (Hydrolnert). Inoltre, le parti del triplo quadrupolo devono essere conservate separatamente dalle parti del singolo quadrupolo in quanto le lenti di ingresso sono di lunghezza diversa e non devono essere scambiate.

Tabella 8. Kit di aggiornamento per GC/MSD Agilent Hydrolnert per GC/MSD con estrattore Agilent 5977A, GC/MSD Agilent 5977B Inert Plus e GC/MSD Agilent 5977C, con codici e codici degli articoli indicati nella Figura 15.

Codice dell'articolo (Figura 15)	Nome della parte	Codice
n/d	Aggiornamento per GC/MSD Hydrolnert	5505-0083
17	Inserto*	G7078-20901
12	Repeller*	G7078-20902
3	Corpo della sorgente extractor*	G7078-20903
9	Lente di ingresso*	G7078-20904
10	Lente Ion focus*	G7078-20905
4	Lente di estrazione da 9 mm*	G7078-20909
16	Gruppo riscaldatore/sensore EI H ₂ *	G7078-60910
n/d	Filo, lente di estrazione	G7000-60827
11	Isolatore del repeller (x2)	G1099-20133

* Parti specifiche per Hydrolnert.

Tabella 9. Kit di aggiornamento per GC/MS a triplo quadrupolo Agilent Hydrolnert per gli spettrometri di massa a triplo quadrupolo Agilent 7000C/D/E, con codici e codici degli articoli indicati nella Figura 15.

Codice dell'articolo (Figura 15)	Nome della parte	Codice
n/d	Aggiornamento per GC/TQ Hydrolnert	5505-0084
17	Inserto*	G7078-20901
12	Repeller*	G7078-20902
3	Corpo della sorgente extractor*	G7078-20903
9**	Lente di ingresso, estesa***	G7006-60926
10	Lente Ion focus*	G7078-20905
4	Lente di estrazione da 9 mm*	G7078-20909
16	Gruppo riscaldatore/sensore EI H ₂ *	G7078-60910
n/d	Filo, lente di estrazione	G7000-60827
11	Isolatore del repeller (x2)	G1099-20133

* Parti specifiche per Hydrolnert.

** La lente di ingresso estesa per il sistema MS/MS Hydrolnert è più lunga della lente di ingresso di un sistema MS a singolo quadrupolo.

Conclusione

La sorgente Agilent HydroInert con H₂ come gas di trasporto rappresenta un'alternativa più sostenibile all'He come gas di trasporto e aiuta a migliorare le prestazioni dell'H₂ come gas di trasporto nelle analisi GC/MS e GC/MS/MS. La nuova sorgente è venduta completamente montata o come parte di un kit di aggiornamento per sistemi GC/MS e GC/MS/MS esistenti. In termini di prestazioni, la sorgente HydroInert preserva la qualità dello spettro di massa e può permettere agli utilizzatori di continuare a usare le librerie di spettri di massa esistenti, basate sull'elio.

Bibliografia

1. Agilent EI GC/MS Instrument Helium to Hydrogen Carrier Gas Conversion, *guida per l'utilizzatore Agilent Technologies*, numero pubblicazione 5994-2312EN, **2020**.
2. Quimby, B. *et al.* In-Situ Conditioning in Mass Spectrometer Systems, *Brevetto USA 8,378,293*, 19 febbraio **2013**.
3. Semivolatile Organic Compounds by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS); Method 8270D. *United States Environmental Protection Agency*, Revisione 4, febbraio **2007**.
4. Semivolatile Organic Compounds by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS); Method 8270E. *United States Environmental Protection Agency*, Revisione 4, giugno **2018**.
5. Churley, M.; Quimby, B.; Andrianova, A. A Fast Method for EPA 8270 in MRM Mode Using the 7000 Series Triple Quadrupole GC/MS, nota applicativa Agilent Technologies, numero di pubblicazione 5994-0691EN, **2019**.
6. Smith Henry, A. Analysis of Semivolatile Organic Compounds with Agilent Sintered Frit Liner by Gas Chromatography/Mass Spectrometry, nota applicativa Agilent Technologies, numero di pubblicazione 5994-0953EN, **2019**.
7. Andrianova, A.; Quimby, B. Optimized PAH Analysis Using Triple Quadrupole GC/MS with Hydrogen Carrier, nota applicativa Agilent Technologies, numero di pubblicazione 5994-2192EN, **2020**.

www.agilent.com

DE97431848

Le informazioni fornite potrebbero variare senza preavviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2022
Stampato negli Stati Uniti il 21 giugno 2022
5994-4889ITE