Interscience puzzelt met innovaties

D. Claus

Analytical support

Scientific parc Einstein
B-1348 Louvain-la-Neuve
tel. +32 (0)10 450025
fax. +32 (0)10 453080

www.interscience.be

Inleiding

Innovatie 1: Chromatografie

- snelheid van analyse (Ultra Fast GC)
- verhoging van resolutie (GC X GC)

Innovatie 2: Injectietechnieken

- nanoliter injectie vs LV injectie
- multi-GC injectie
- robotica

Innovatie 3: Detectietechnieken

- MS: gevoeligheid
- MS: snelheid
- MS: multi-MS-methodologie

Innovatie 1: Chromatografie

Snelheid van analyse (Ultra Fast GC)

Verhoging van resolutie (GC X GC)

Ultra Fast GC

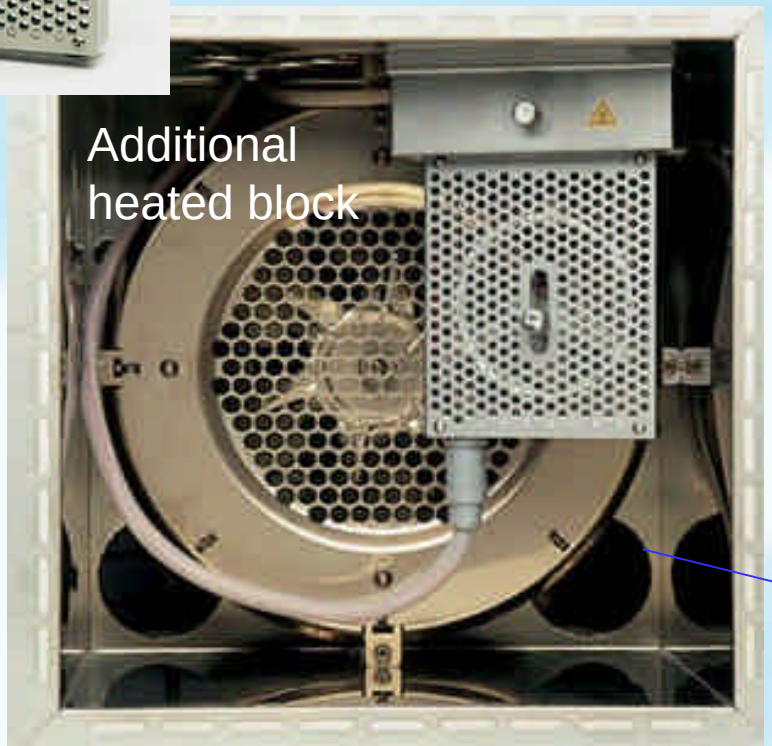
Typische parameters

Directe Kolomverwarming

Conventionele GC oven

Heating rate (°C/min)	Analysis time (min)	Peak Width (s)	Col.length (m)	Column i.d. (mm)
ULTRAFAST GC				
60 - 600	1 - 2	0.1 – 0.5	2 - 5	0.1
FAST GC				
20 - 60	5 - 15	0.5 - 2	5 - 15	0.1 - 0.18
CONVENTIONELE GC				
1 - 20	~ 30	2 - 5	15 - 60	0.25 - 0.32

De kolom zit geassembleerd in een module



De module wordt in de GC oven geïnstalleerd en gekoppeld aan de injector (SSL of PTV) en detector (FID of MS) zoals een conventionele kolom.

Trace GC Ultra oven

Ultra Fast GC

Kolomlengte: tussen 2.5 en 10 meter

Kolomdiameter: tussen 0.1 en 0.32 mm

Snelle temperatuurprogrammatie: tot 20 °C/s

Groot temperatuurbereik (35 tot 370 °C) in functie van de stationaire fase

Snelle koeling door de GC oven

Laag stroomverbruik

Detectoren: analoog: FID (300 Hz)

MS: DSQ (11000 amu/s)

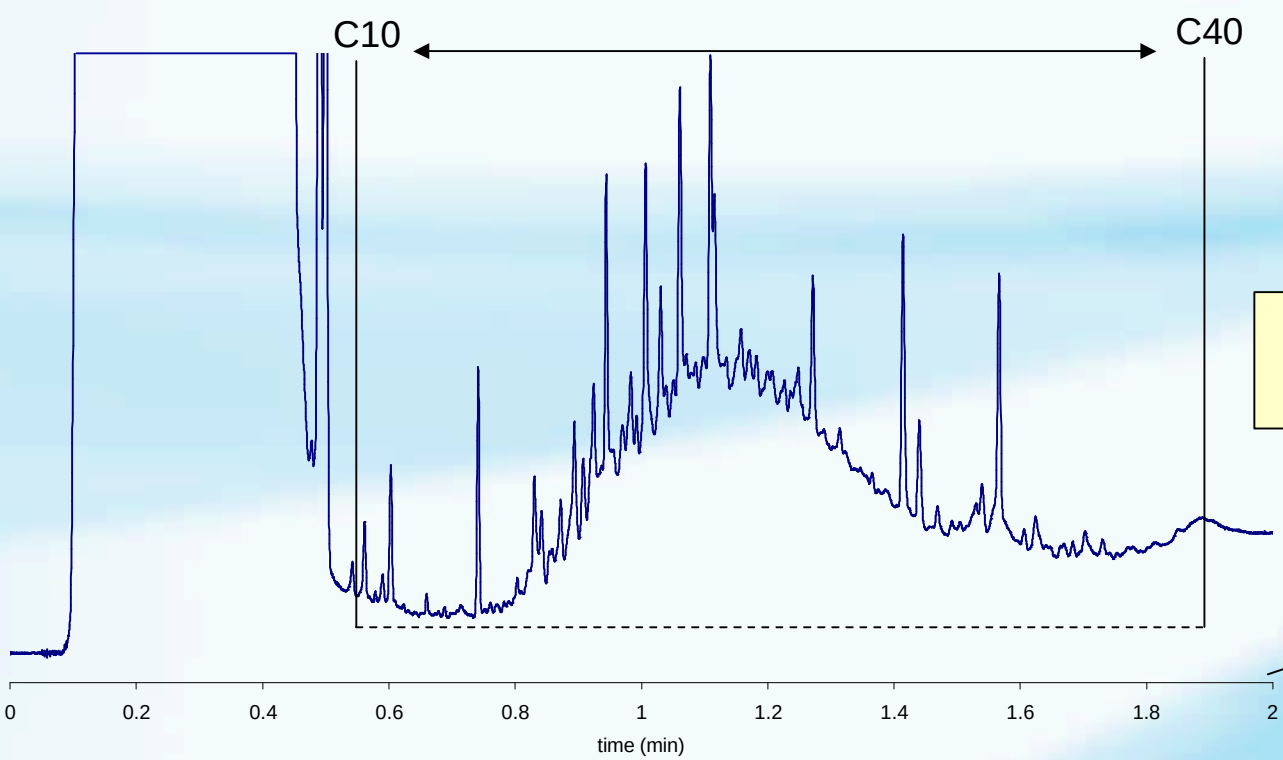
MS: Tempus -TOF (60000amu/sec)

Totale KWS in water en bodem

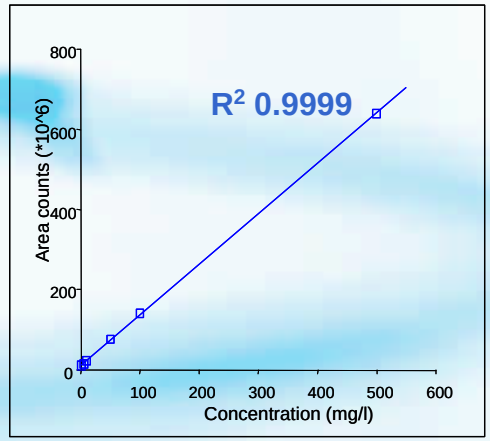
Ultra Fast GC

1 µl Splitless injectie

50 mg/l Totale KWS



2 min



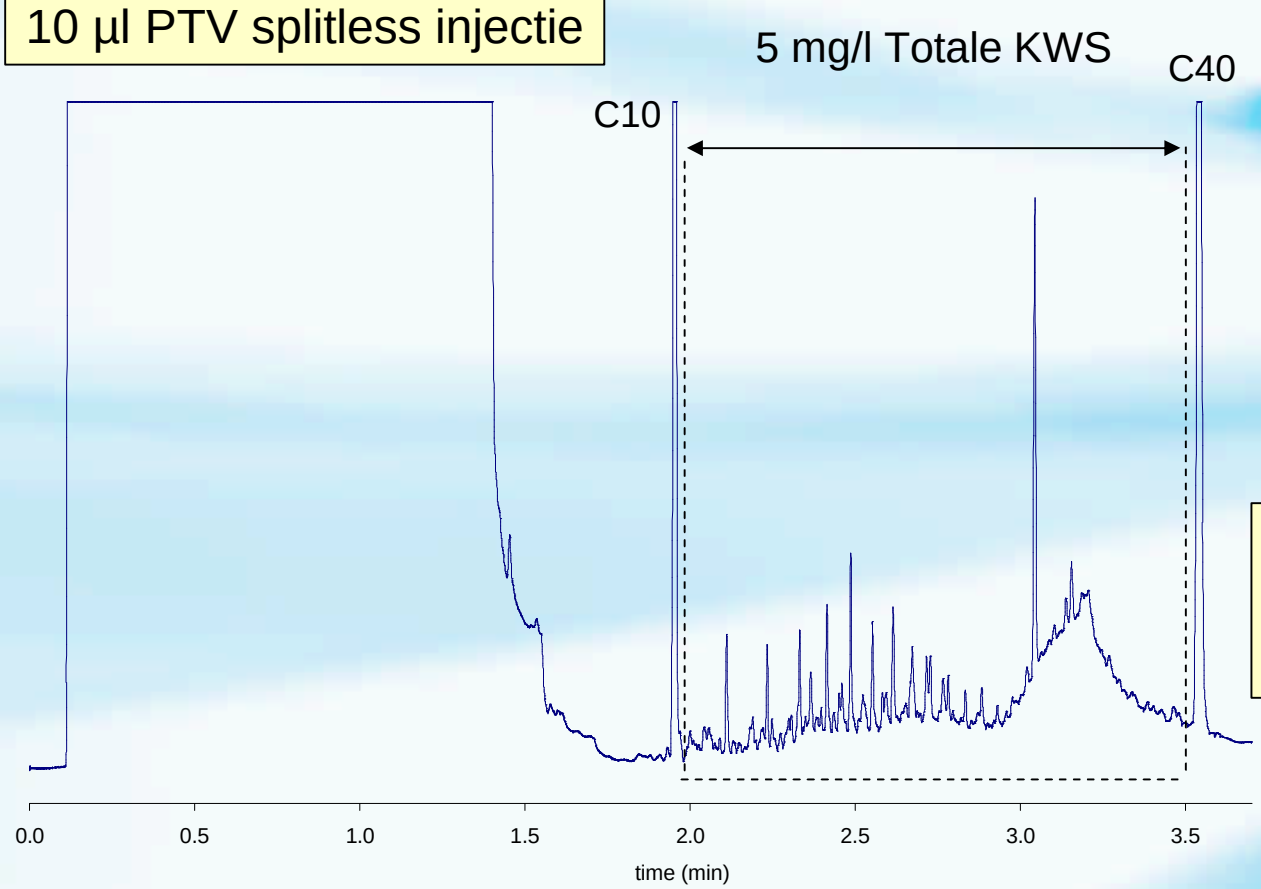
Calibratiecurve tussen 5 en 500 mg/l totale KWS

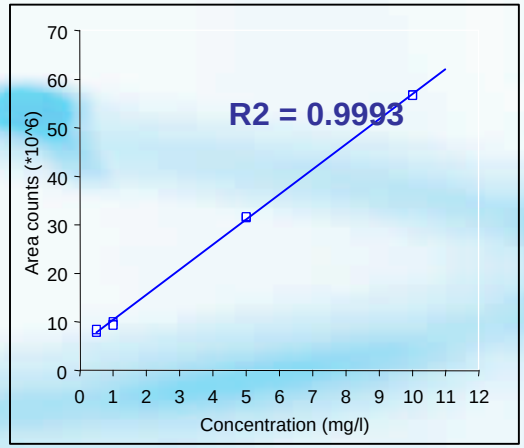
Kolom: UFC-15m, 0.32 mm id, 0.25 µm FD, T prog.: 40 (20s), 3.3 °C/s, 350 (30s), Staal: Bodem extract (50 ng/ul tot KWS), Injectie: 1 ul SPLITLESS, Splitless time: 20 s, Carrier: He : 5 ml/min CF

Totale KWS in water en bodem

Ultra Fast GC

10 µl PTV splitless injectie





Calibratiecurve tussen 0.5 en 10 mg/l totale KWS

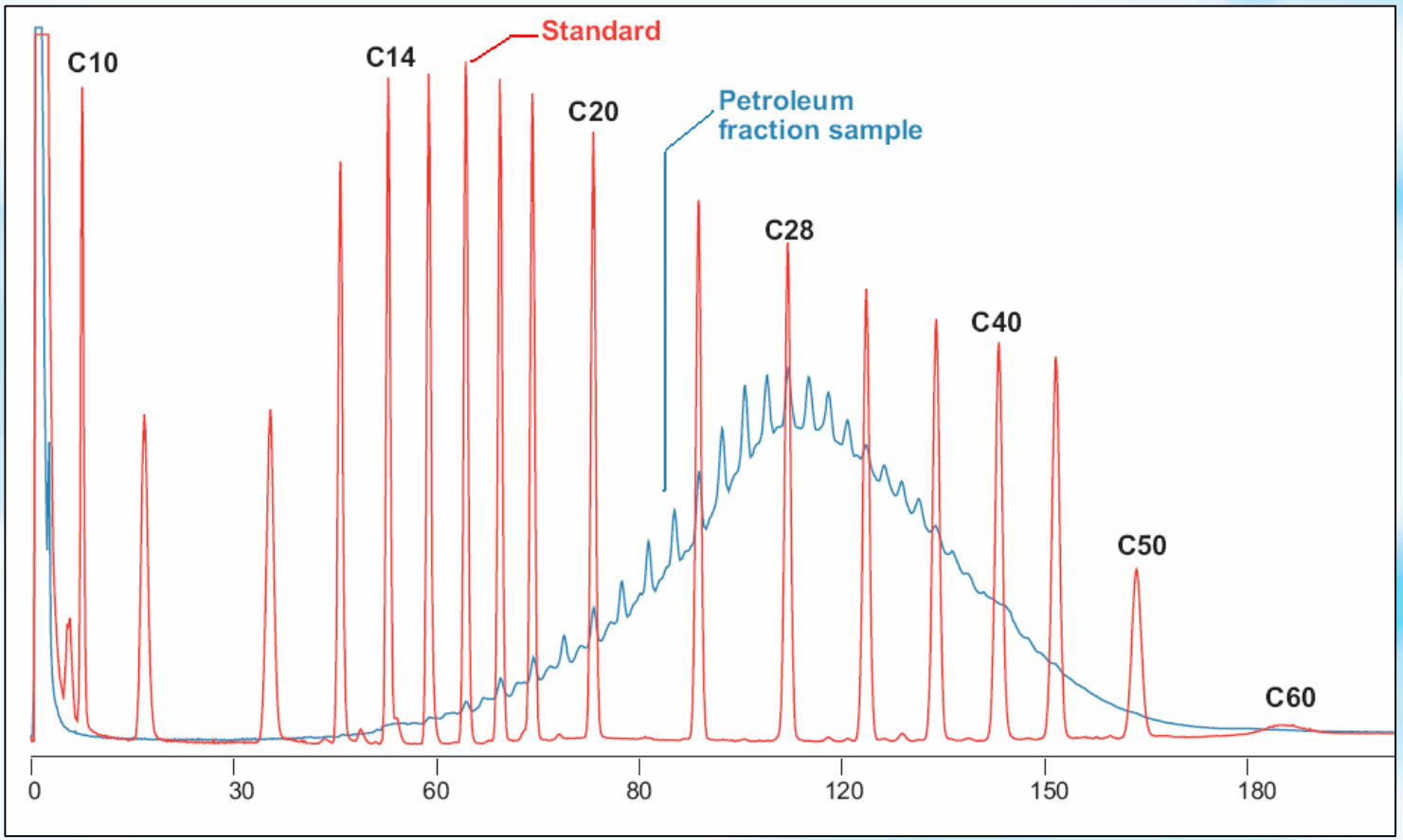
3.5 min

Kolom: UFC-15m, 0.32 mm id, 0.25 µm FD, T prog.: 45 (100s), 3 °C/s, 350 (30s). Injection: 10 ul PTV SPLITLESS. PTV temp. program 50 °C, (0.50) min, tot 400 °C met 14.5 °C/s. Carrier: He: 5 ml/min CF

SimDist D2887 tot nC60 met PTV injectie

Ultra Fast GC

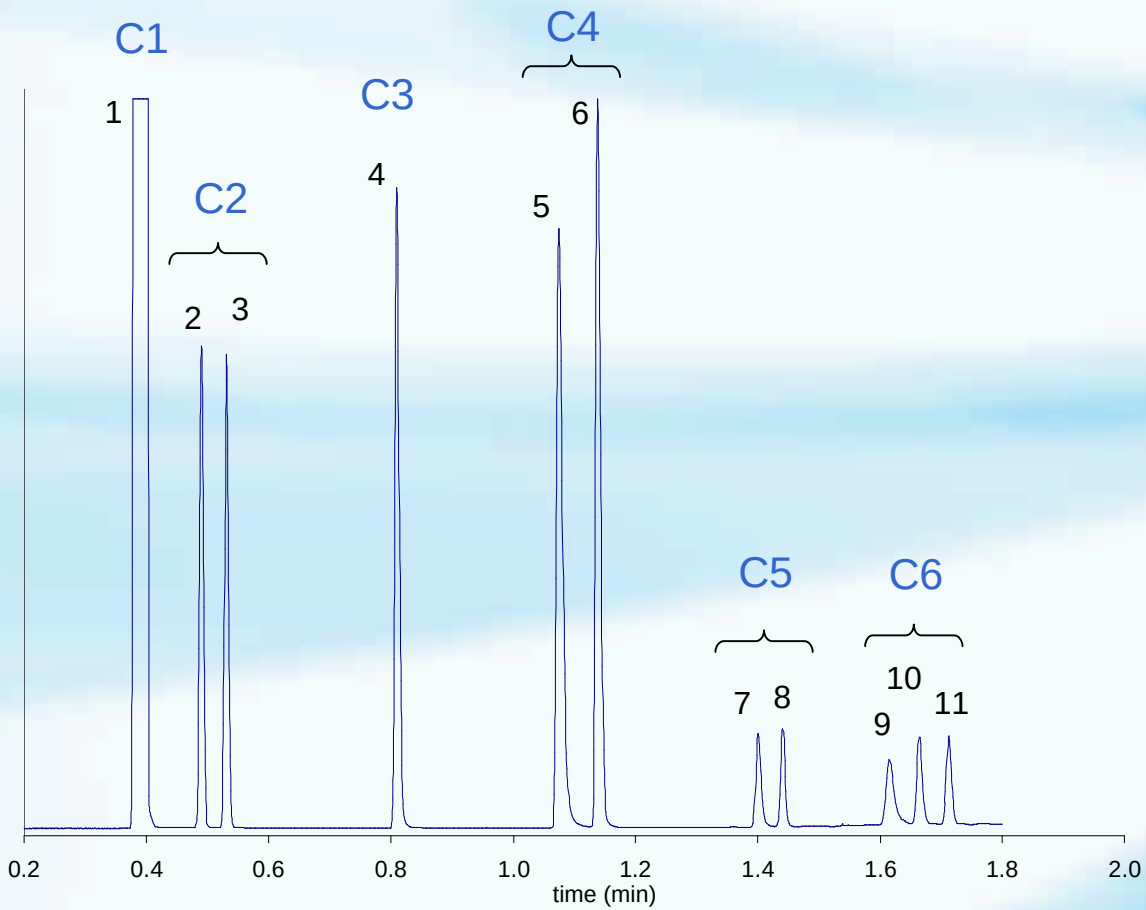
Kolom: 2.5 m x 0.32 mm id, 0.1µm UFC-1
Kol. Temp.: 50°C (0.5'), 2°C/s to 370°C (0.5')



ca 3 min.

Gas analyse met PLOT kolom

Ultra Fast GC

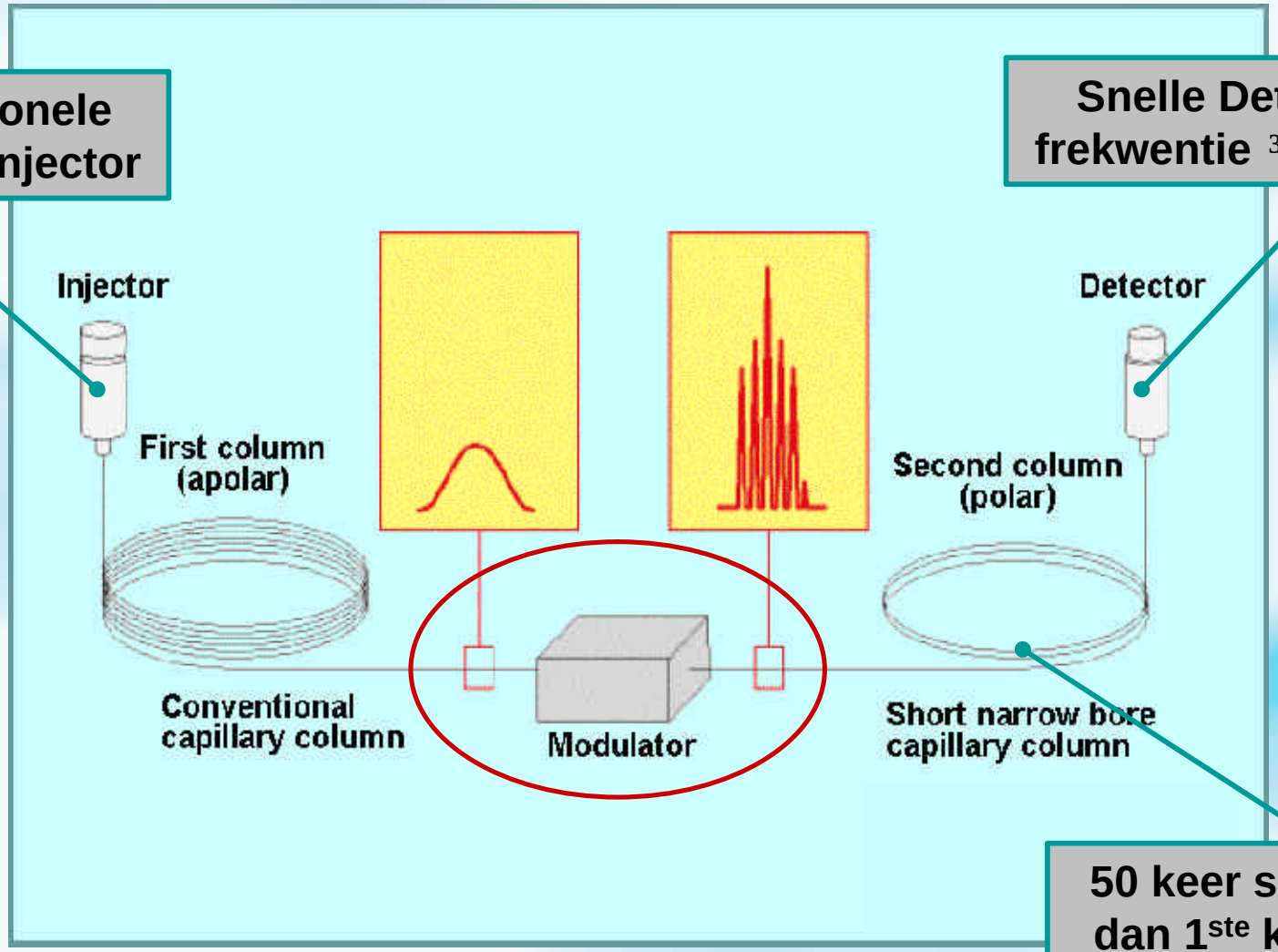


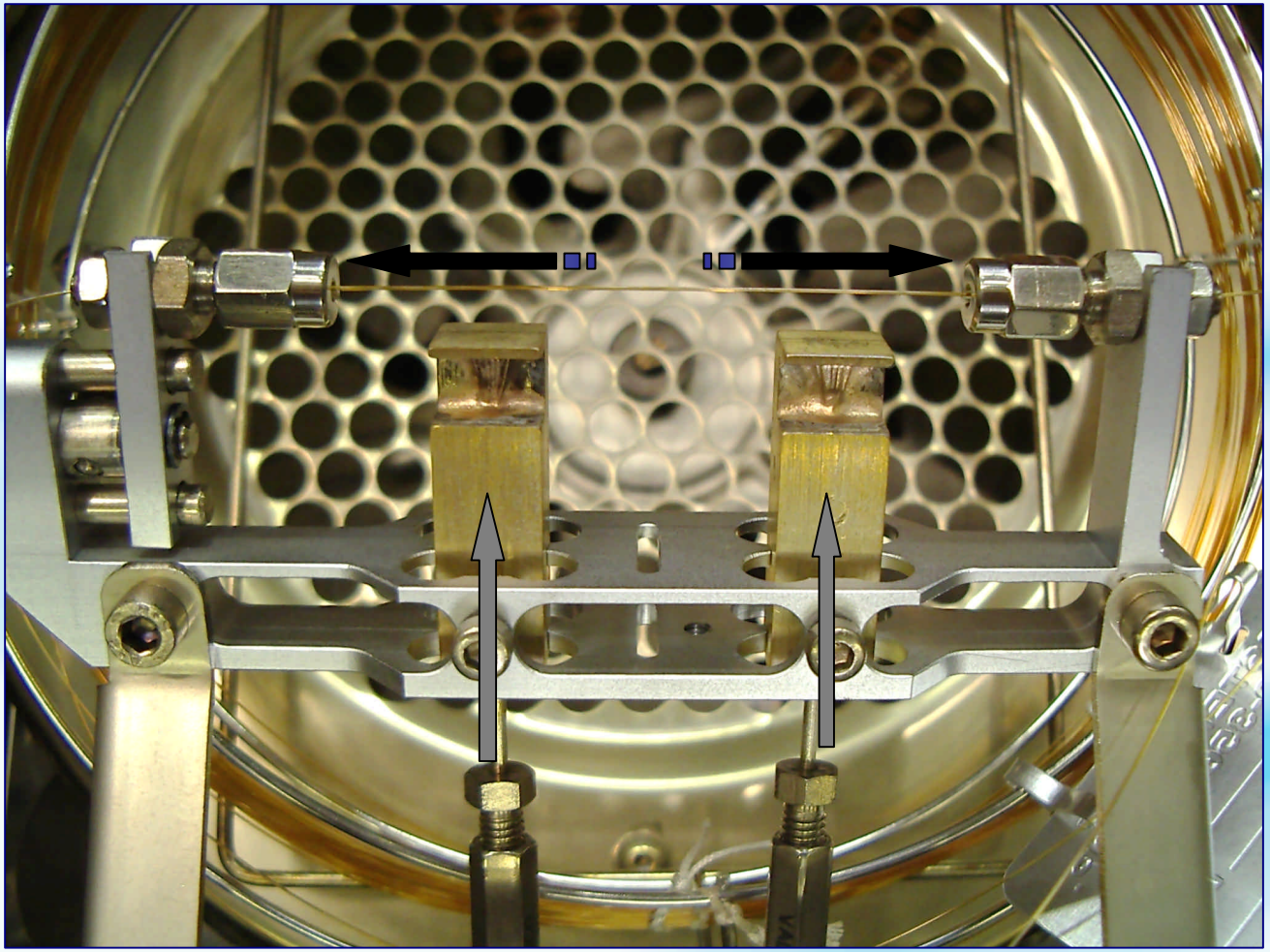
1	methane
2	ethylene
3	ethane
4	propane
5	isobutane
6	*n*-butane
7	isopentane
8	*n*-pentane
9	2,2 dimethyl butane
10	2 methyl pentane
11	*n*-hexane

2 min.

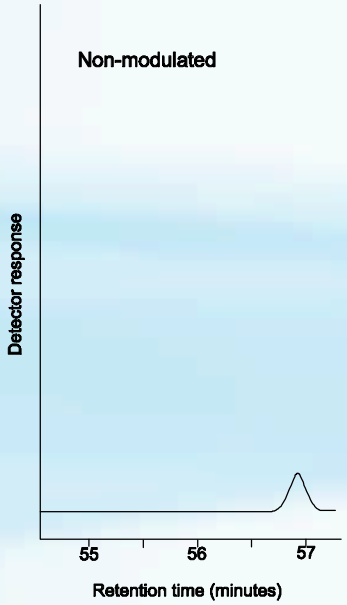
Kolom: PLOT PORAPACK Q 0.25 mm x 8 µm x 10 m, T prog.: 70 (6s), 2 °C/s, 230 (30s), Staal: gas std mix (ongeveer 1% mol C2,C3,C4, ongeveer 0.1% C5, C6, methaan rest). Injectie: 0.5 ml SPLIT 1/50, Carrier: He: 2 ml/min CF

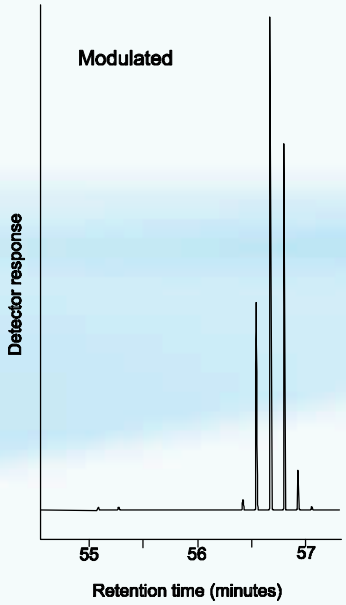
GC X GC

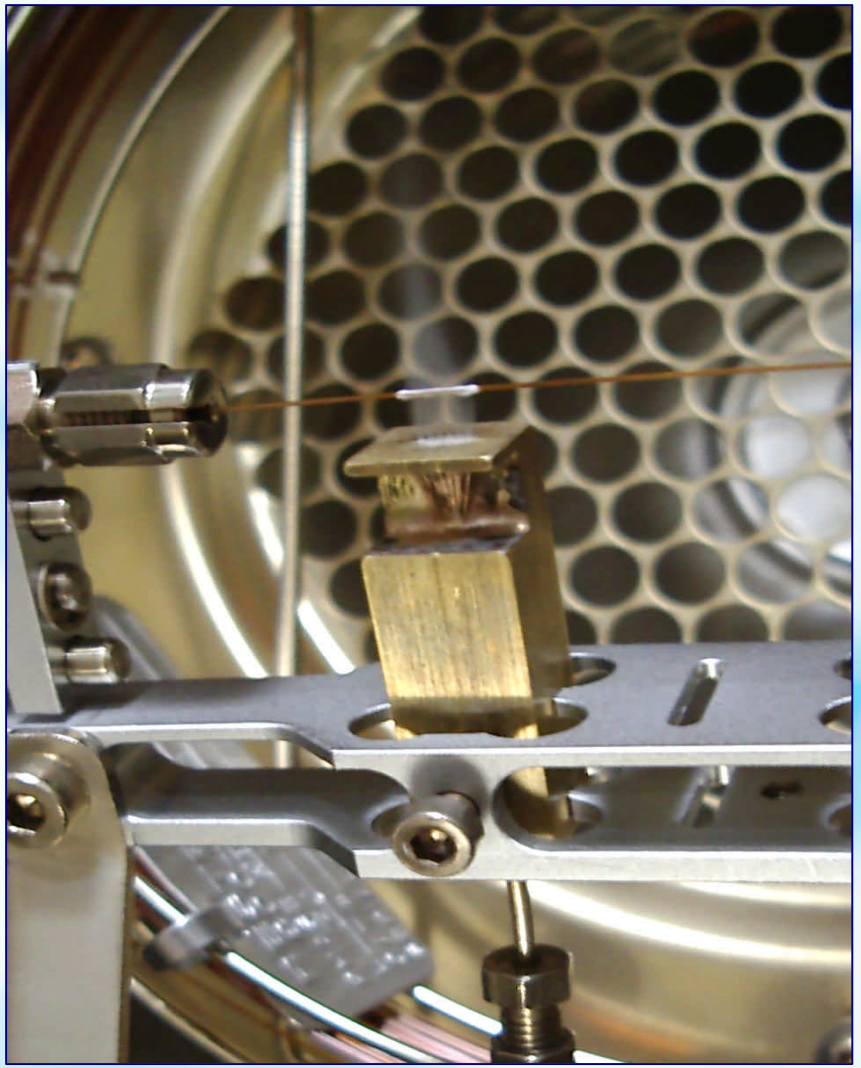

Conventionele capillaire injector
Snelle Detector frekwentie ³ 200 Hz
Injector
Detector
First column (apolar)
Second column (polar)
Conventional capillary column
Modulator
Short narrow bore capillary column
50 keer sneller dan 1ste kolom



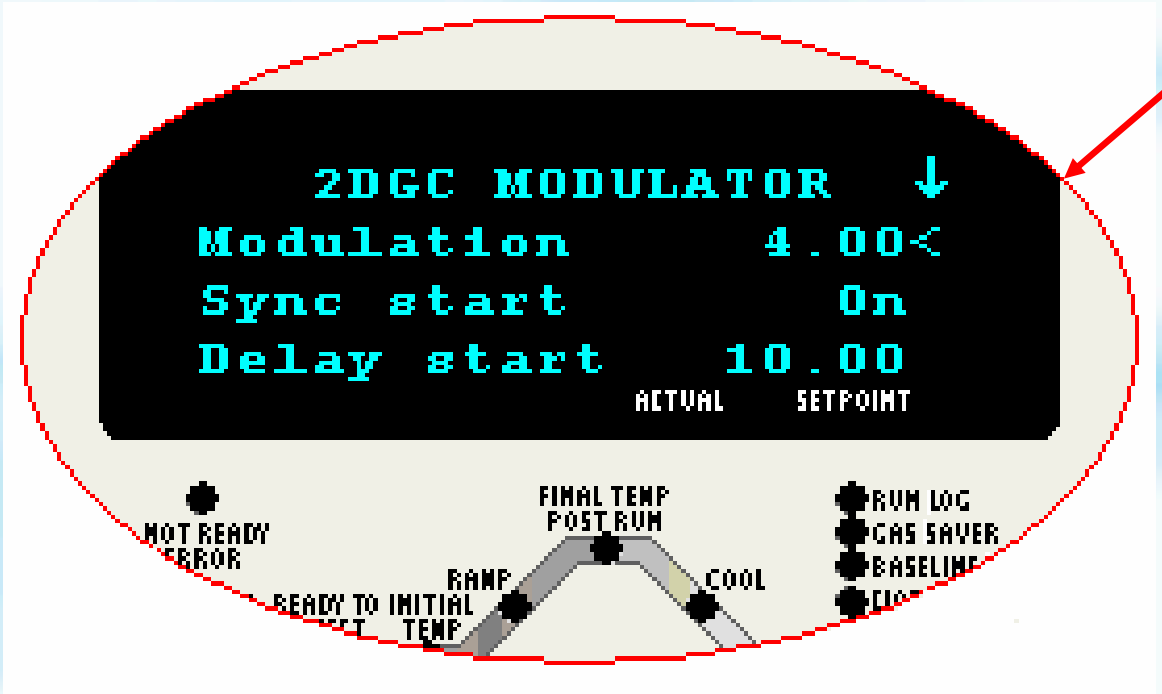
GC X GC

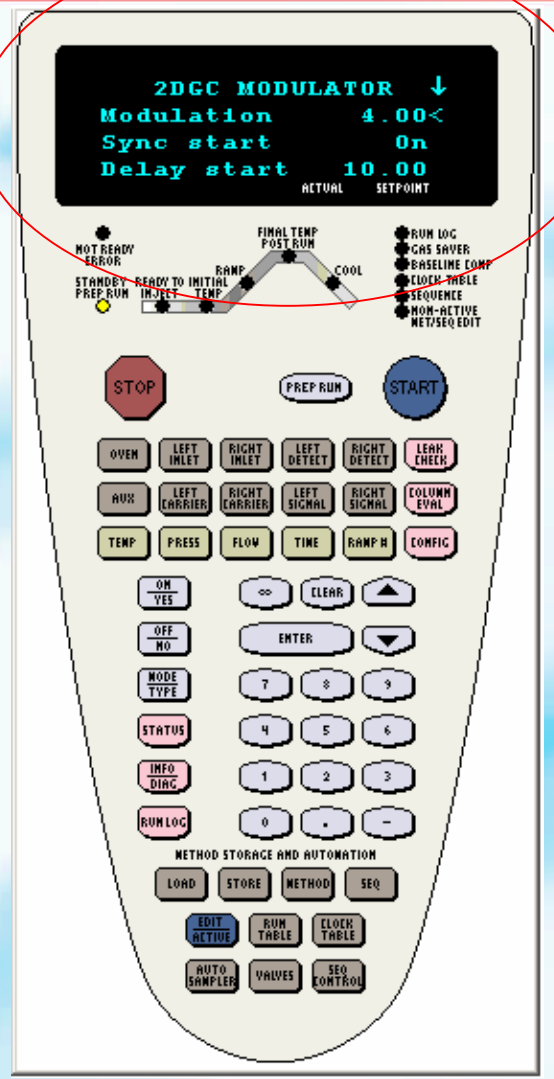






Interscience





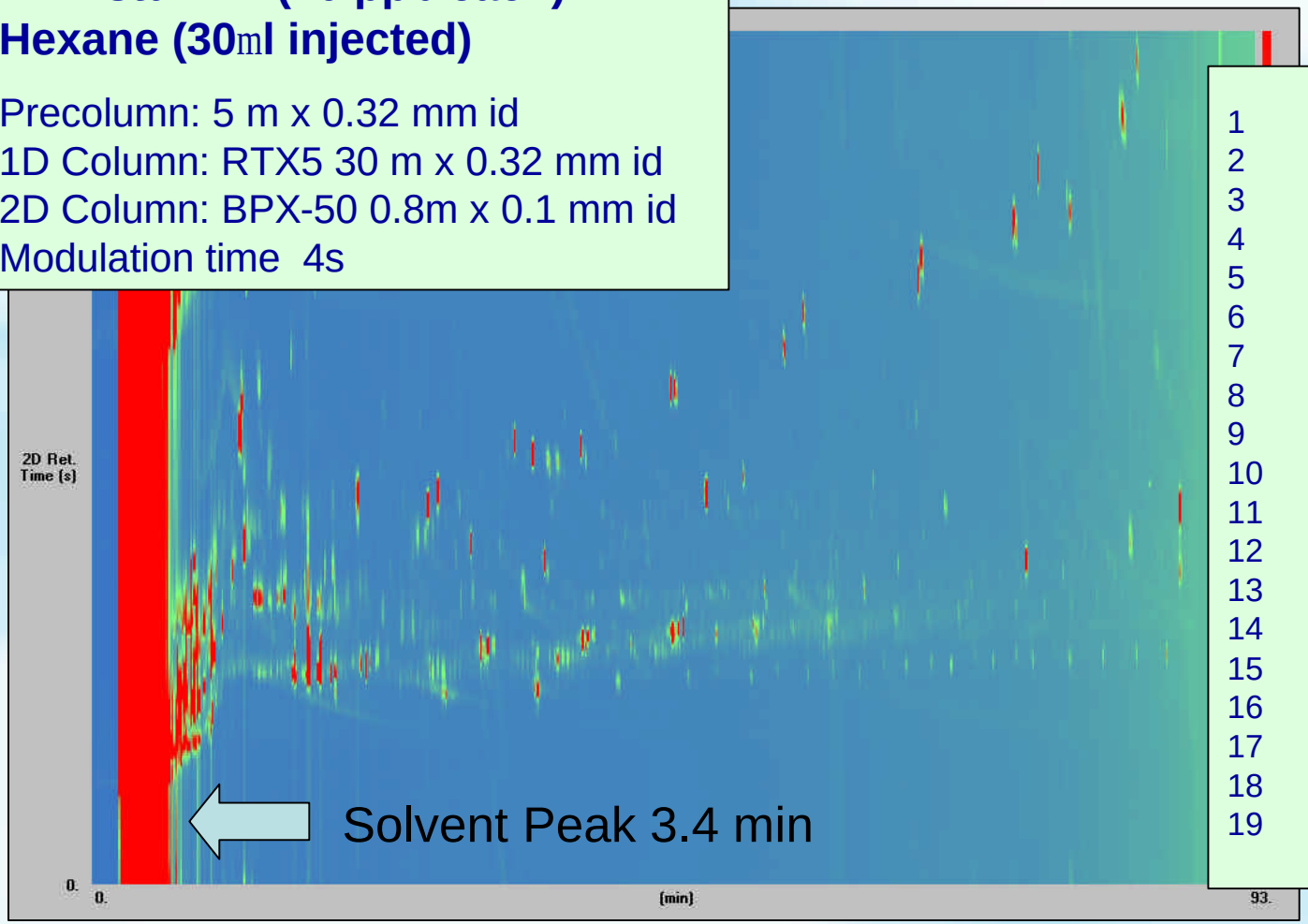
Modulator parameters zijn onderdeel van de software ‘Hyperchrom’

PAKs standaard mix – SSL-LV injectie

GC X GC

PAH std mix (20 ppb each) in Hexane (30㎖l injected)

Precolumn: 5 m x 0.32 mm id
1D Column: RTX5 30 m x 0.32 mm id
2D Column: BPX-50 0.8m x 0.1 mm id
Modulation time 4s



1	Naphthalene
2	1-methylnaphthalene
3	2-methylnaphthalene
4	Acenaphthylene
5	Acenaphthene
6	Fluorene
7	Phenanthrene
8	Anthracene
9	Fluoranthene
10	Pyrene
11	Benzo(a)anthracene
12	Chrysene
13	Benzo(b)fluoranthene
14	Benzo(k)fluoranthene
15	Benzo(a)pyrene
16	3-methylcholanthrene
17	Indeno(1,2,3-c,d)pyrene
18	Dibenzo(a,h)anthracene
19	Benzo(g,h,i)perylene

D. Cavagnino et al J. Chrom. A 1019 (2003) 211

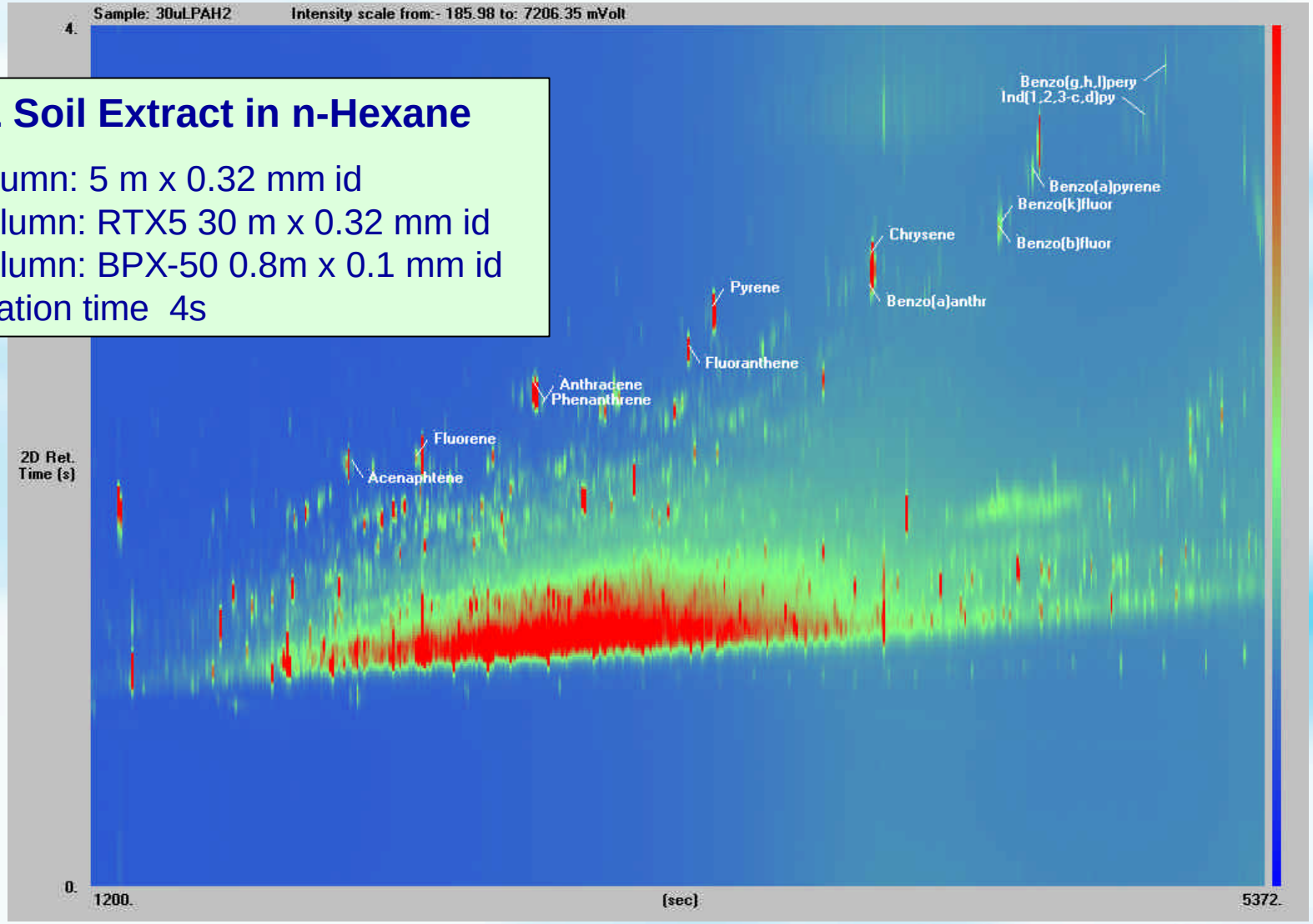
Interscience

PAKs in bodem – SSL-LV injectie

GC X GC

30 mL Soil Extract in n-Hexane

Precolumn: 5 m x 0.32 mm id
1D Column: RTX5 30 m x 0.32 mm id
2D Column: BPX-50 0.8m x 0.1 mm id
Modulation time 4s



Interscience

Innovatie 2: Injectietechnieken

nanoliter injectie vs LV injectie

multi-GC injectie

robotica

Nanoliter vs LV injectie

Hoog geconcentreerde stalen

Pure producten

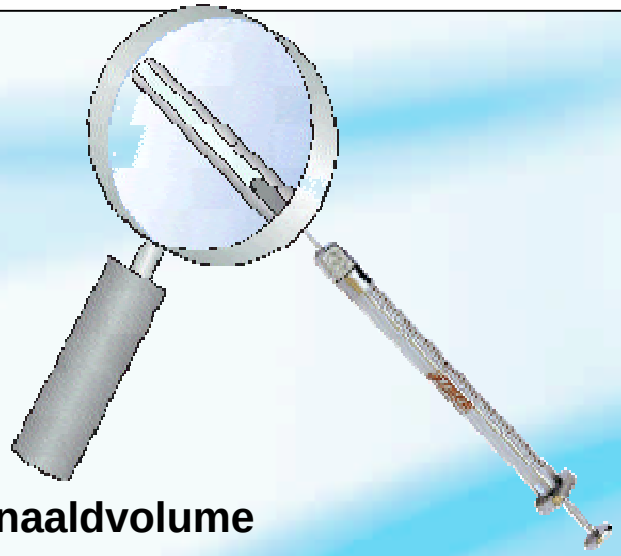
Problemen:	Kolom overbeladen
	Slechte scheiding
	Slechte piekvorm

Oplossing:	Verdunnen
	Split injectie met megasplit
	Nanoliter injectie

Nanoliter vs LV injectie

Geen monstervoorbewerking!

Plunger in needle syringe



- **Geen naaldvolume**
- **Past in AS-3000 en TriPlus**
- **0.01 µl – 0.30 µl injectievolume**
- **“Cold needle” techniek (conische naald)**

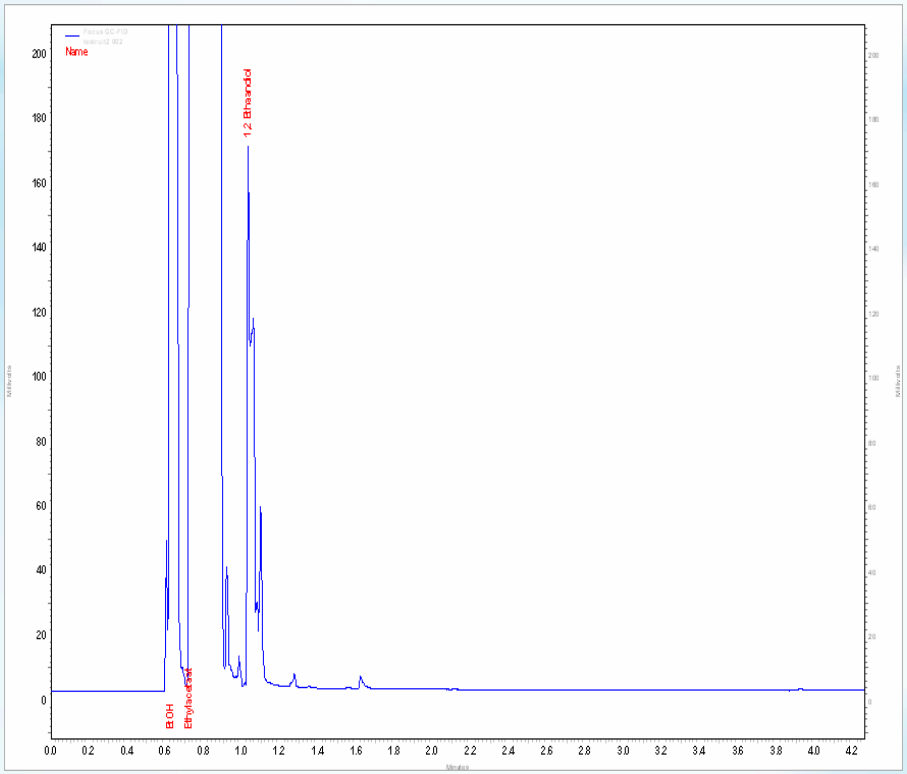
Interscience

Nanoliter vs LV injectie

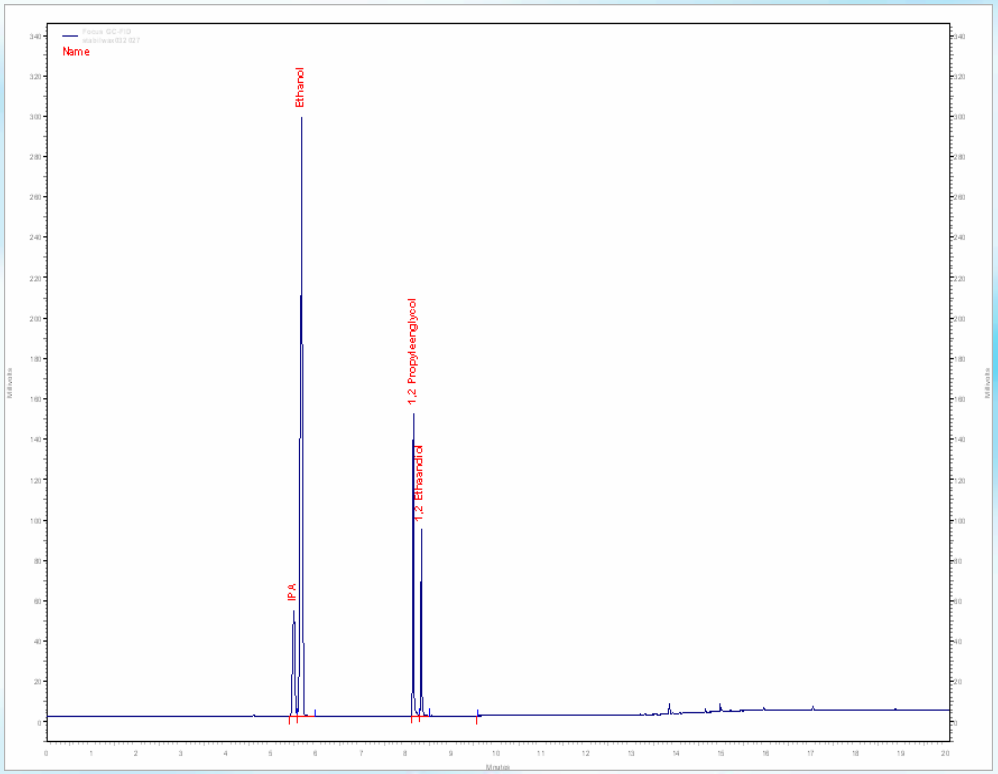
80% oplosmiddelen
(IPA; EtOH; 1,2-propyleenglycol; 1,2-ethaandiol)
20% water

100x verdund met Ethylacetaat

1 µl injectie



Injectie 20 nl (0.02 µl) PUUR product



Multi-GC-Injectie

? Injectie op GC1

Berekende concentratie

32	OK
43	OK
21	OK
56	OK
101	VERDACHT!

Bevestiging

Multi-GC-Injectie

Run #	Sample ID	Method	Filename	Action
1	Sample_001	Pesticide.met	sample_001.dat	CON
2	Sample_002	Pesticide.met	sample_002.dat	CON
3	Sample_003	Pesticide.met	sample_003.dat	CON
4	Sample_004	Pesticide.met	sample_004.dat	CON
5	Sample_005	Pesticide.met	sample_005.dat	CON
6	Sample_006	Pesticide.met	sample_006.dat	CON
7	Sample_007	Pesticide.met	sample_007.dat	CON
8	Sample_008	Pesticide.met	sample_008.dat	CON
9	Sample_009	Pesticide.met	sample_009.dat	CON
10	Sample_010	Pesticide.met	sample_010.dat	CON

Actie: Als concentratie > limiet

Dan…..

? Injectie op GC2

Robotica

Innovatie 3: Detectietechnieken

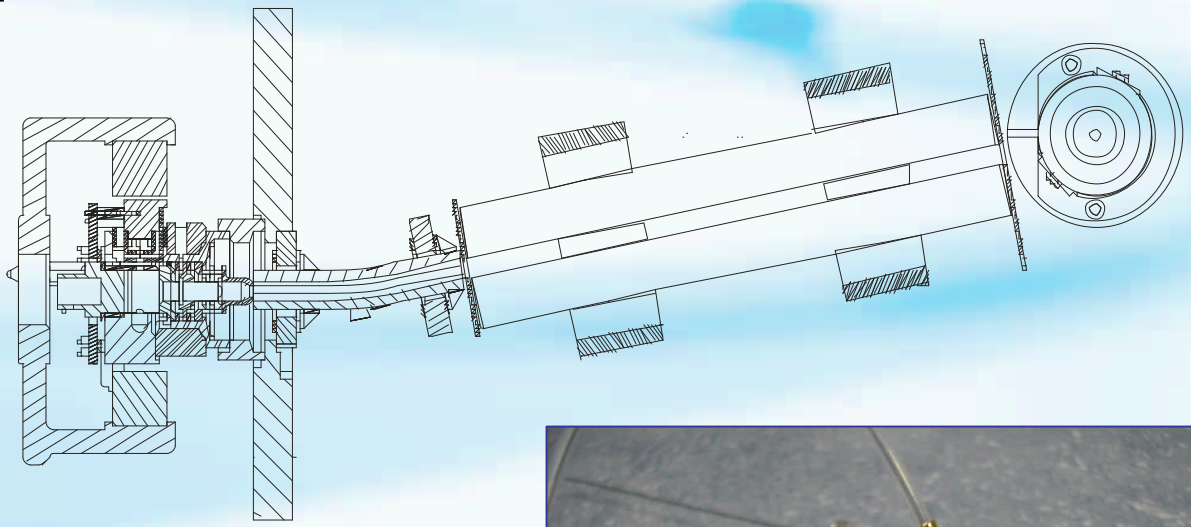
MS: gevoeligheid

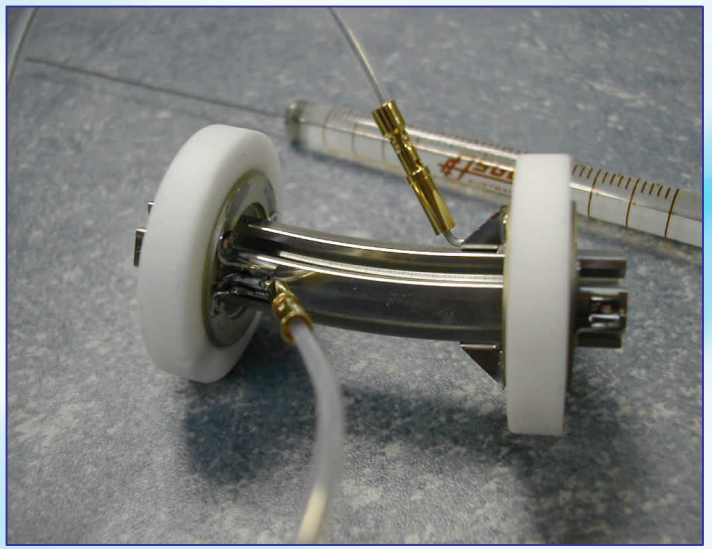
MS: snelheid

MS: multi-MS-methodologie

DSQ - gevoeligheid

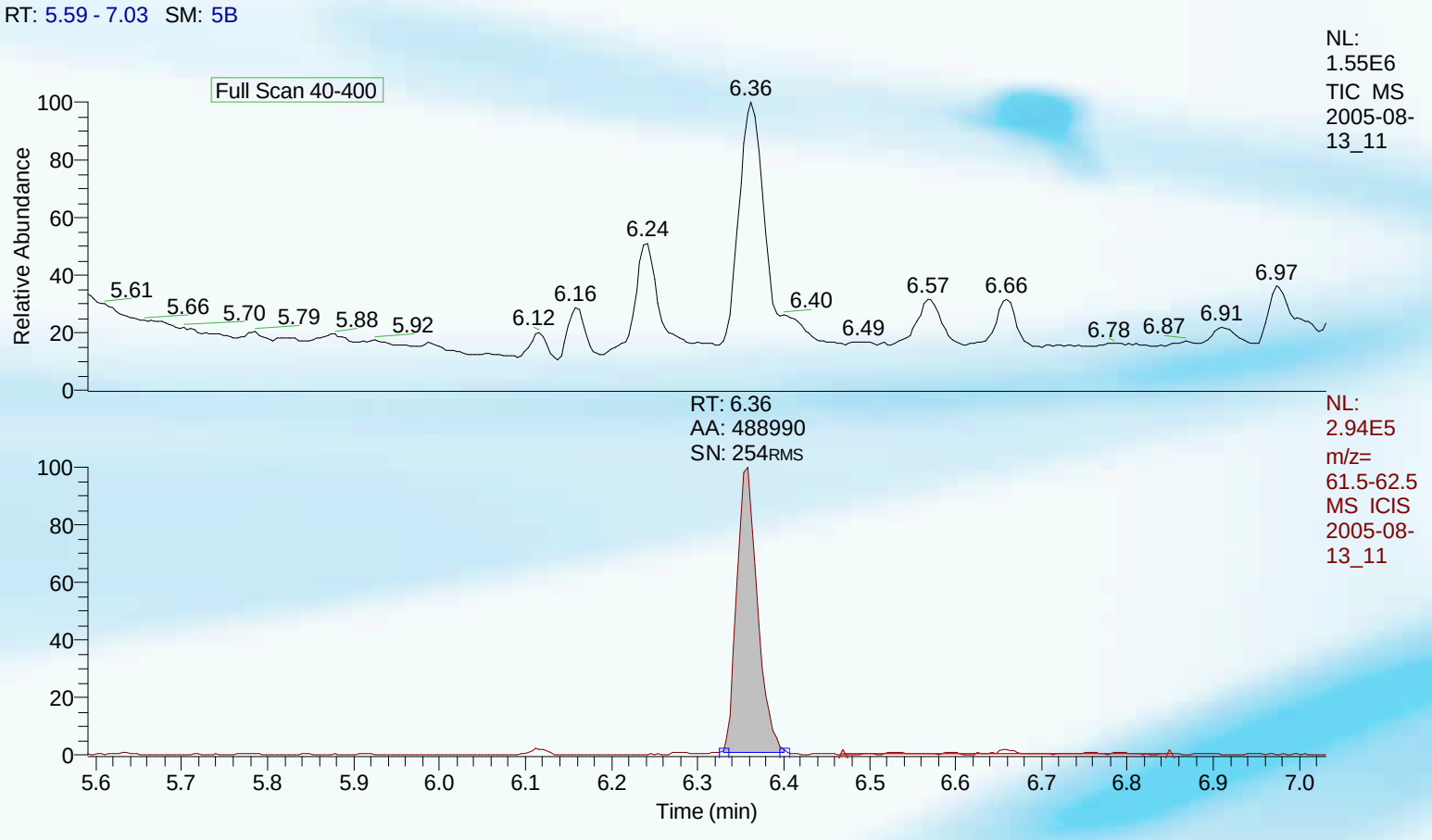
Dual **S**tage **Q**uadrupool





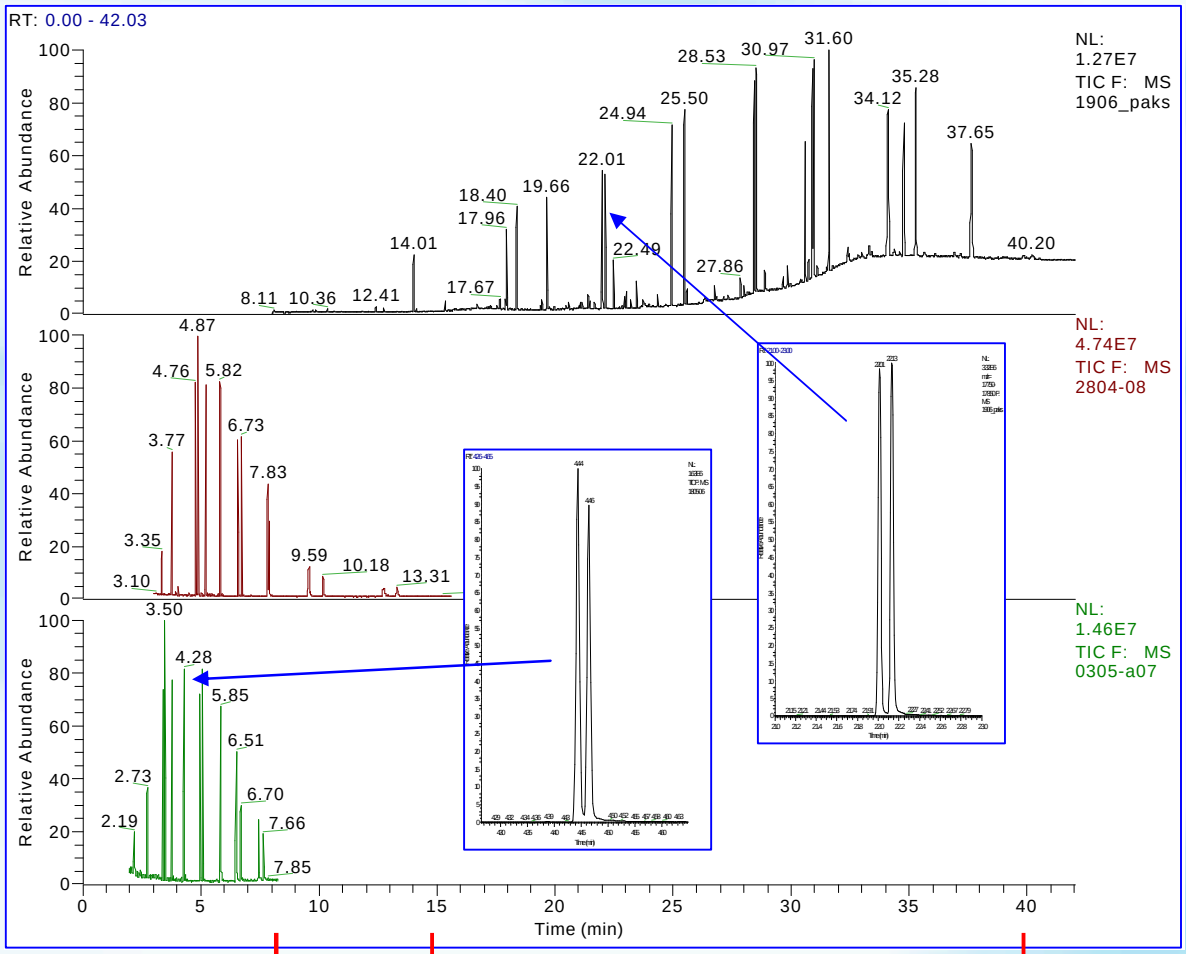
Interscience

DSQ - gevoeligheid



Headspace analyse VOC: Vinylchloride 200 ppt - full scan meting tussen m/z 40 en 400

DSQ - snelheid



0.25 mm I.D.
Piekbreedte 6 sec

0.18 mm I.D.
Piekbreedte 3 sec

0.10 mm I.D.
Piekbreedte 1.3 sec

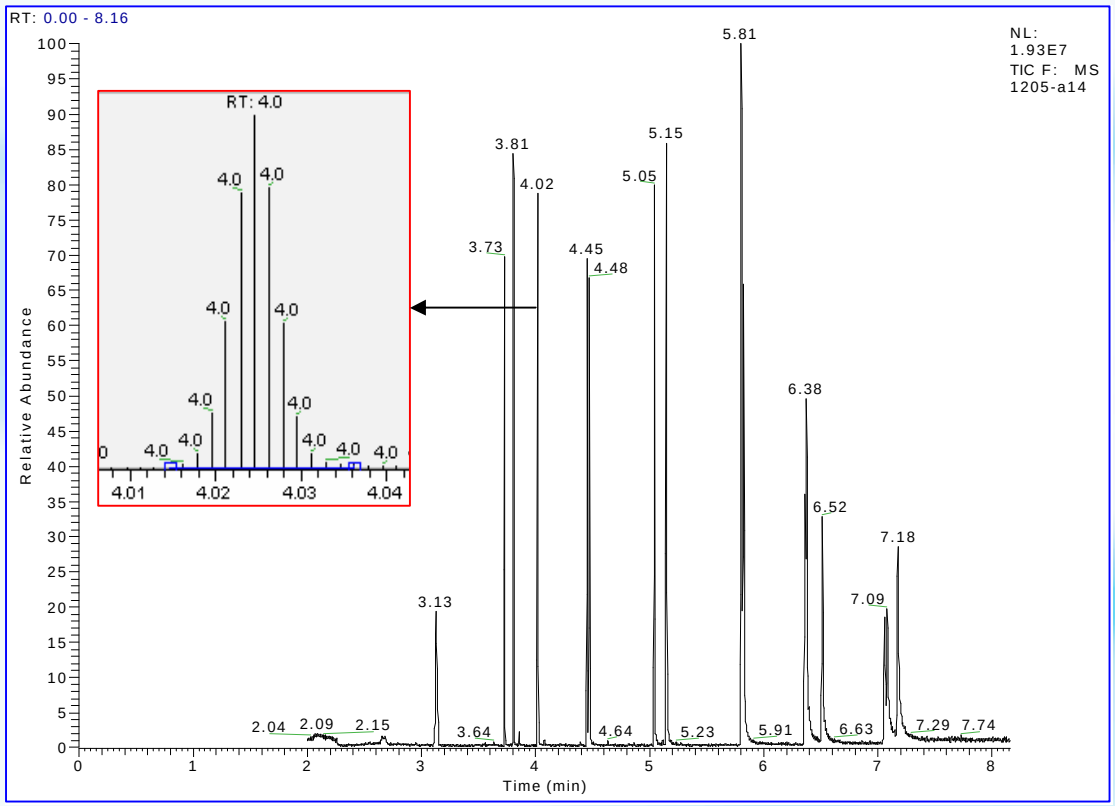
8 min

15 min

40 min

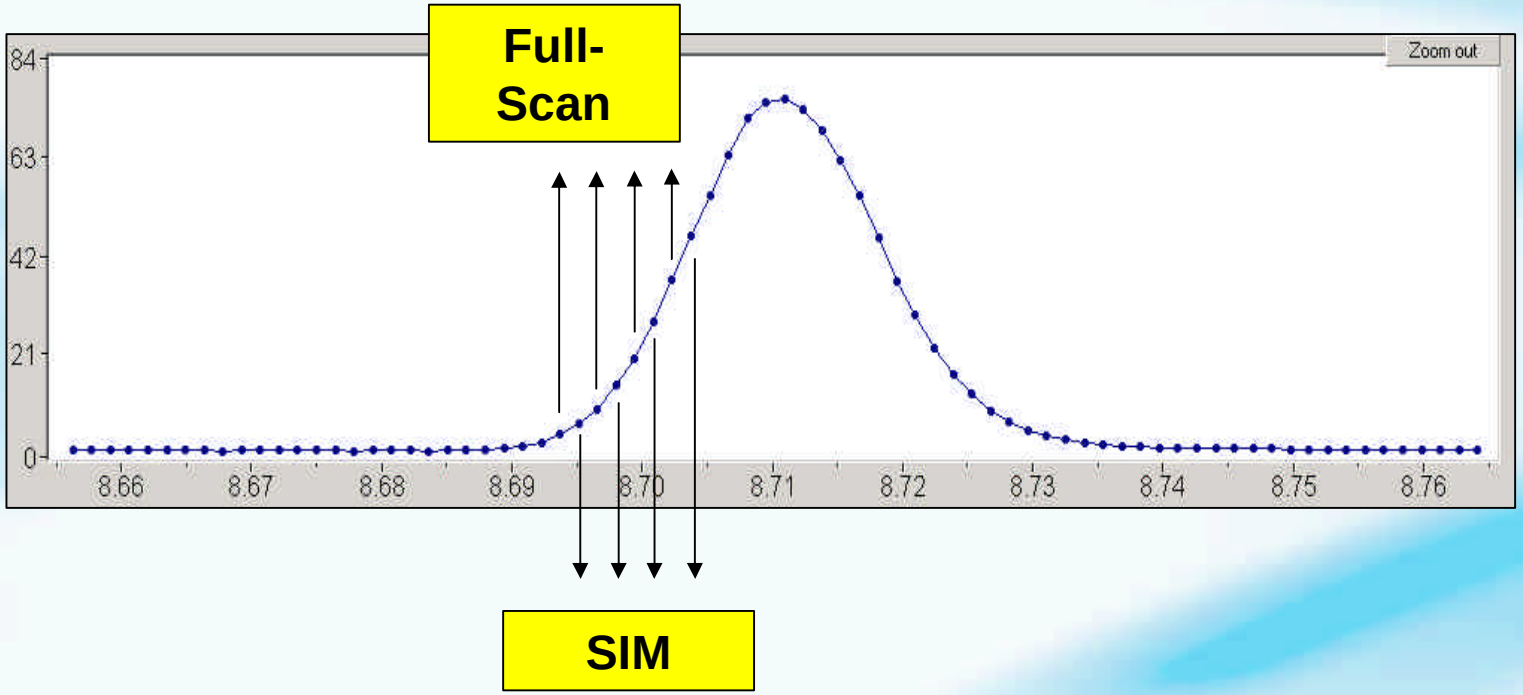
DSQ - snelheid

Voorbeeld: een piek van 1,3 seconden en een acquisitiesnelheid van 10 scans per seconde: de piek bevat 13 datapunten



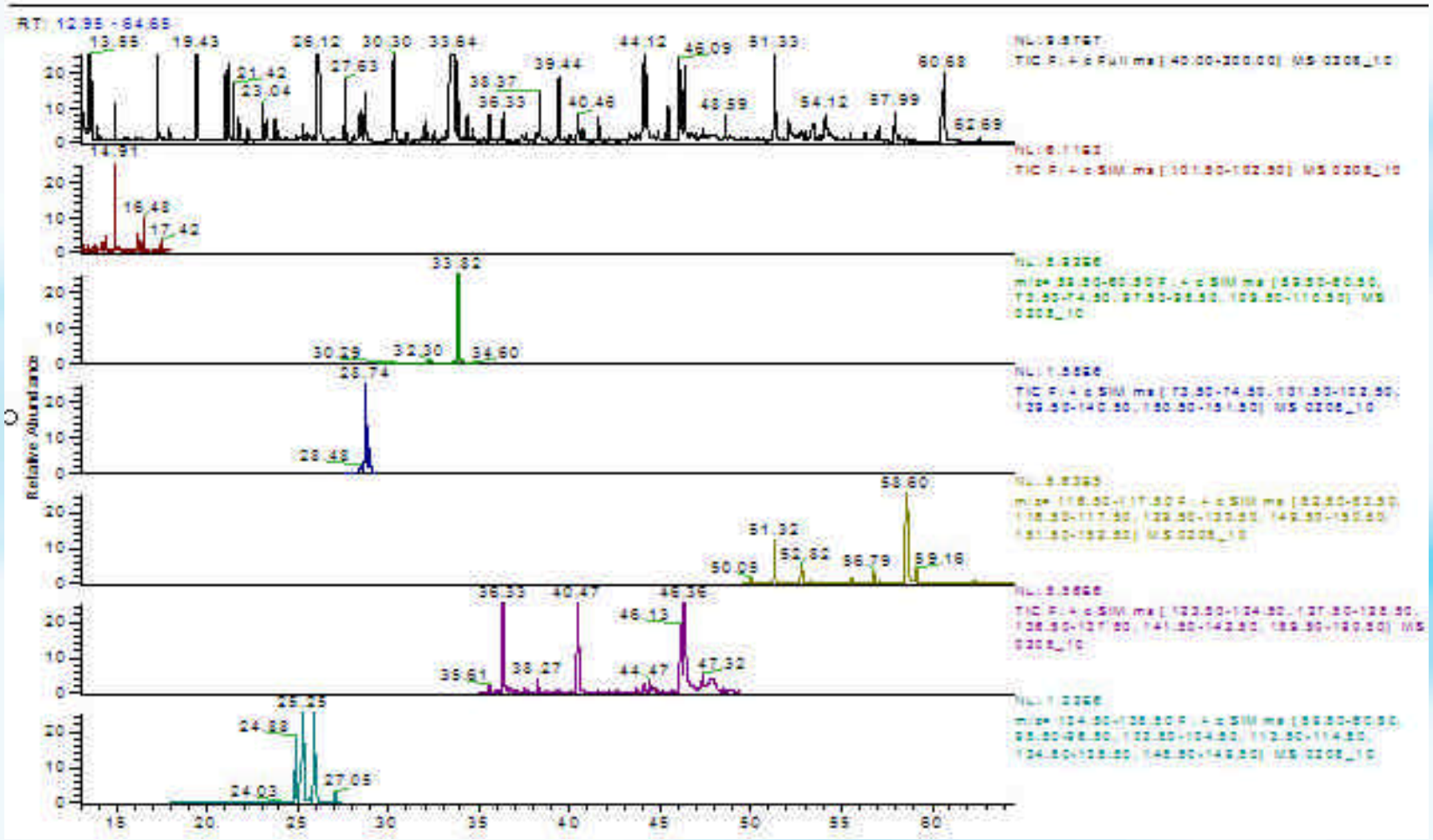
DSQ - PolarisQ – snelle multi-MS-methodologie

Door de hoge scansnelheid van de DSQ is er de mogelijkheid om alternerend in SIM en Full-Scan te meten.



Bij de PolarisQ is er de mogelijkheid om alternerend verschillende MS^n methodes lopen.

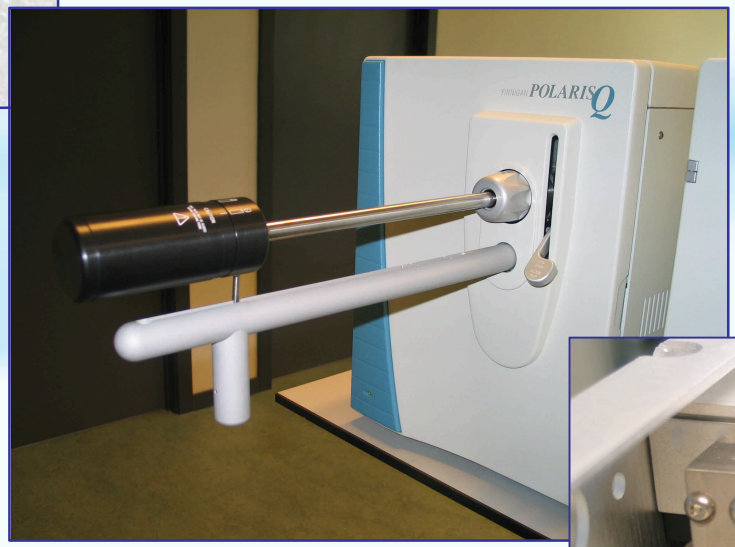
DSQ - PolarisQ – snelle multi-MS-methodologie



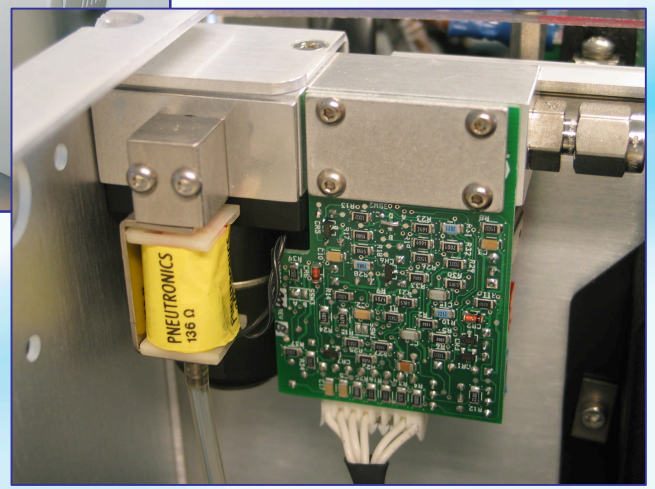
DSQ - PolarisQ – snelle multi-MS-methodologie

CI

Ionvolumes



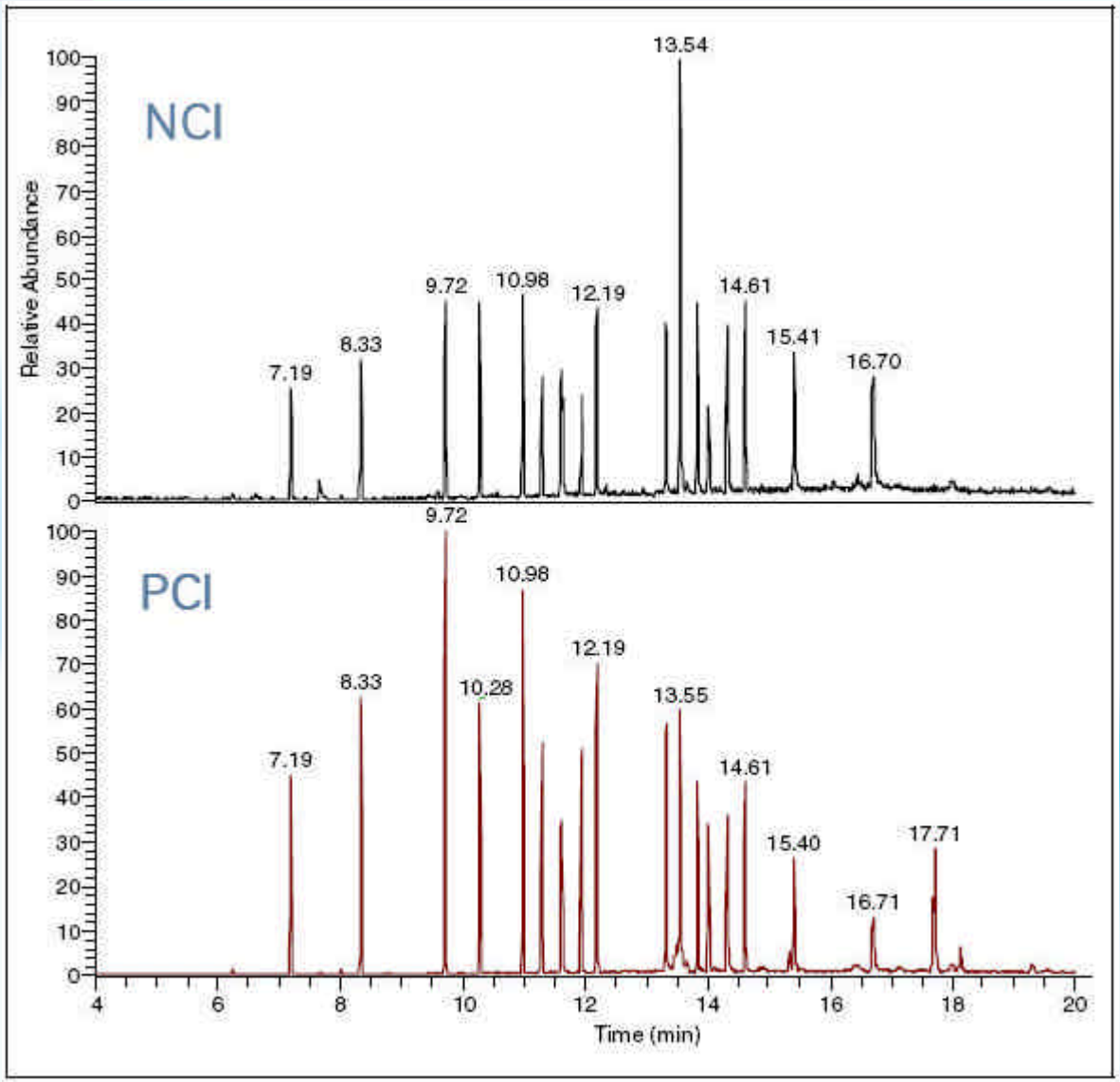
‘Vacuum lock’ technologie



Digitale CI regeling met autotune

DSQ - PolarisQ – snelle multi-MS-methodologie

PPINICI



Puzzelen met innovaties

Innovatie 1: Chromatografie

- snelheid van analyse (Ultra Fast GC)
- verhoging van resolutie (GC X GC)

Innovatie 2: Injectietechnieken

- nanoliter injectie vs LV injectie
- multi-GC injectie
- robotica

Innovatie 3: Detectietechnieken

- MS: gevoeligheid
- MS: snelheid
- MS: multi-MS-methodologie

Scientific parc Einstein
B-1348 Louvain-la-Neuve
tel. +32 (0)10 450025
fax. +32 (0)10 453080

www.interscience.be