

Optimierung einer realen Pestizidmethode für die Routineanalytik - schneller und empfindlicher auf der HPLC, robuster auf der UHPLC

Unser Kunde (SGS INSTITUT FRESENIUS GmbH, Taunusstein) bestimmt 130 Pestizide (eine Auflistung finden Sie auf der letzten Seite) in unterschiedlichen Wässern (Mineral- und Trinkwasser, Brunnen- und Oberflächengewässer, Roh- und Brauchwasser, Abwasser) mittels Direktinjektion von 50-100 µL Probe auf HPLC/MS- (bis max. 400 bar) und UHPLC/MS-Geräten (bis max. 600 bar). Beide Methoden konnten durch Umstellung auf 2.7µm Raptor™ ARC-18 Säulen optimiert werden (siehe Tabelle). Die HPLC-Methode (5 µm Partikel) konnte bei gleichem Druck beschleunigt und vor allem empfindlicher werden, die UHPLC-Methode (1.7 µm Partikel) konnte bei gleichbleibender Trennleistung und niedrigerem Druck robuster gestaltet und darüber hinaus sogar noch beschleunigt werden.

	HPLC/MS bisher	HPLC/MS mit Raptor™ ARC-18	UHPLC/MS bisher	UHPLC/MS mit Raptor™ ARC-18
Säulenlänge [mm]	150	100	100	100
ID [mm]	2.1	2.1	2.1	2.1
Partikelgröße [µm]	5	2.7	1.7	2.7
Temperatur [°C]	25	25	45	30
Eluent A	A: 90% Wasser, 10% Methanol, 5mM Puffer *	A: 90% Wasser, 10% Methanol, 5mM Puffer *	A: 90% Wasser, 10% Methanol, 10mM Puffer *	A: 90% Wasser, 10% Methanol, 10mM Puffer *
Eluent B	B: 100% Methanol, 5mM Puffer *	B: 100% Methanol, 5mM Puffer *	B: 100% Methanol, 10mM Puffer *	B: 100% Methanol, 10mM Puffer *
Gradient **	0 - 89% B	0 - 89% B	27 - 100% B	15 - 100% B
Flussrate [mL/min]	0.3	0.3	0.25	0.4
Druck [bar]	150 - 350	150 - 300	450 - 570	250 - 350
Injektionsvolumen [µL]	50	50	100	100
Analysenzeit bis zum Ende der Trennung [min]	11.4	3.3	13.5	7.8
Analysenzeit komplett bis zur nächsten Injektion [min]	19.5	10	19.5	10.5
Vorteile durch Raptor™		Schärfere Peaks, bessere Empfindlichkeit, kürzere Analysenzeit		Gleiche Trenneffizienz, aber längere Standzeit, geringerer Druck, kürzere Analysenzeit

* Puffer = Ammoniumformiat ** Details zum Gradienten gerne auf Anfrage.

Bei beiden Gerätetypen wird ein 0.2 µm Partikelfilter vor der Säule verwendet. Die Raptor™ Säule kann mit passender Vorsäule im nutzerfreundlichen EXP-System betrieben werden, was bisher aufgrund der Drücke am Limit der Anlagen nicht möglich war. Raptor™ Säulen können übrigens bis 600 bar im Dauerbetrieb eingesetzt werden.

Für manche Anwendungen ist die UHPLC tatsächlich das „Non-Plus-Ultra“, für andere aber ein Kampf um Robustheit, der oft nur durch höheren Aufwand bei Filtration und Probenvorbereitung gewonnen werden kann (oder durch Austausch der Säule). Da bei kleinen Partikeln auch die Zwischenräume kleiner sind, verstopfen diese Säulen naturgemäß eben schneller als solche mit größeren Partikeln. Insbesondere in der Routineanalytik mit wechselnden Proben typen hat man damit zu kämpfen. Daher sind die Raptor™ 2.7 µm Core-Shell Partikel eine sehr gute Alternative zu < 2µm Phasen.

Besonders wichtig bei solchen Multimethoden ist auch die gleichmäßige Verteilung der Analyten über die gesamte Laufzeit, um eine optimale Empfindlichkeit im MS zu erreichen. Wenn zu viele Substanzen gleichzeitig eluieren, wird die Messzeit pro Analyt im MRM-Modus zu klein, wodurch die Empfindlichkeit sinkt. Das „ausgewogene Retentionsprofil“ der Raptor™ ARC-18 erfüllt auch diese Anforderung (Abbildung 1).

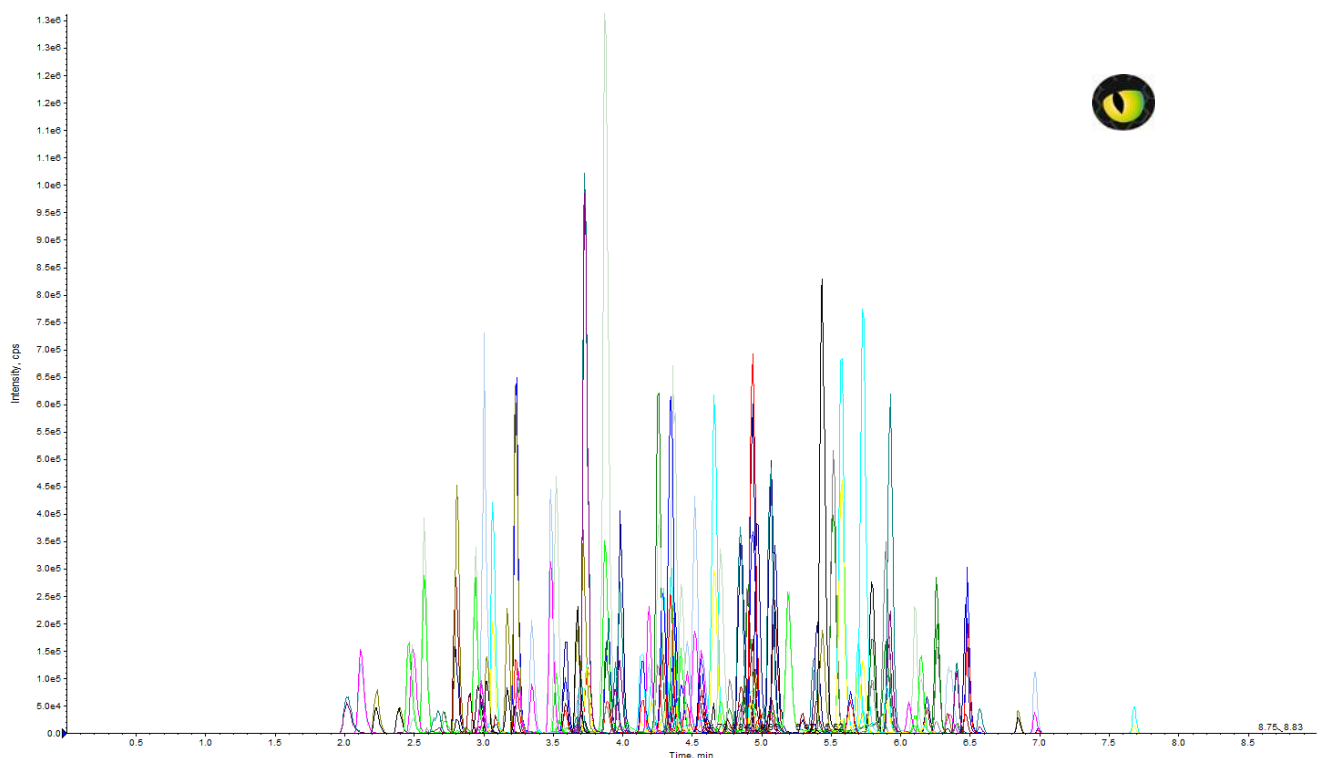


Abbildung 1: LC/MS-Lauf der 130 Pestizide

Sie benötigen technische Beratung, ein Angebot oder möchten sich erst durch einen Test von der Qualität unserer HPLC- Säule überzeugen? Setzen Sie sich mit Frau Dr. Beyer in Verbindung.



Dr. Ute Beyer

Dipl.-Chemikerin

Tel. 06172 / 2797 -42

Ute.beyer@restekgmbh.de

Die Robustheit und Stabilität der Raptor™ ARC-18 Core-Shell Säulen zeigt die folgende Vergleich (Abbildung 2 und 3): exemplarisch wurden 4 Substanzen ausgewählt, die im vorderen und hinteren Bereich des Chromatogramms eluieren.

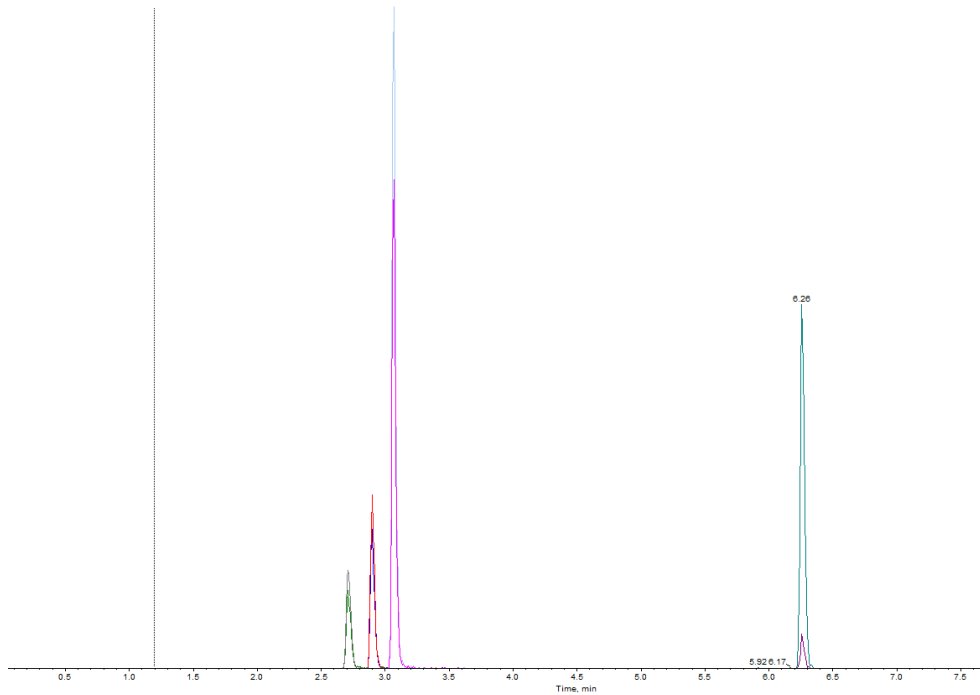


Abbildung 2: Desisopropylatrazin, Fenuron, AIPA (Anthranilsäureisopropylamid) und Diazinon auf neuer Raptor™ ARC-18

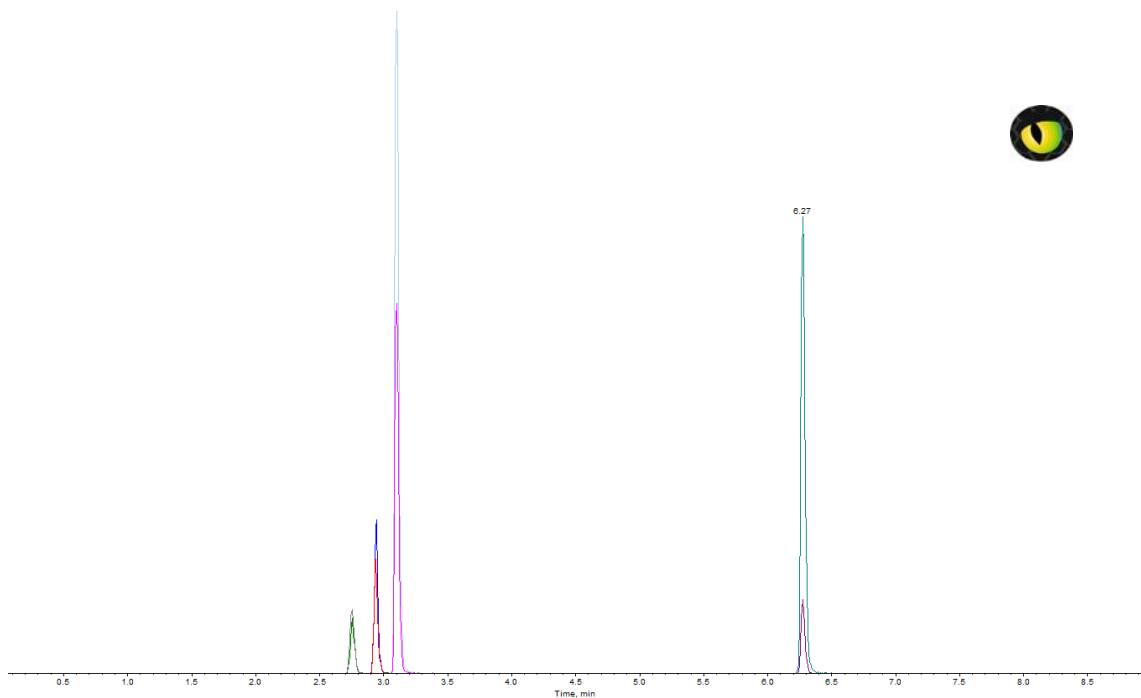


Abbildung 3: Desisopropylatrazin, Fenuron, AIPA (Anthranilsäureisopropylamid) und Diazinon auf Raptor™ ARC-18 nach etwa **5.000 Injektionen** (verschiedenste Wasserproben, von Reinstwasser bis zu stinkendem Abwasser)

Pestizid -Liste

2,6-Dichlorbenzamid	Desethylterbuthylazin	Flutriafol	Pencycuron
Acephat	Desisopropylatrazin	Fonofos	Phenmedipham
Alachlor	Desmedipham	Hexazinon	Phosalon
Aldicarb	Desmetryn	Imidacloprid	Pirimicarb
Aldicarb-sulfone	Diazinon	Iso-Chloridazon	Pirimiphos - ethyl
Aldicarb-sulfoxide	Dichlofluanid	Isoproturon	Pirimiphos - methyl
Ametryn	Dichlorvos	Lenacil	Prometryn
Anthranilsäureisopropylamid	Diflubenzuron	Linuron	Propachlor
Atrazin	Diflufenican	Malathion	Propazin
Azinphos-ethyl	Dimefuron	Metalaxyl	Propetamphos
Azinphos - methyl	Dimethachlor	Metamitron	Propiconazol
Azoxystrobin	Dimethenamid	Metazachlor	Propoxur
Benomyl	Dimethoat	Methabenzthiazuron	Propylenthioharnstoff
Brodifacoum	Disulfoton	Methacrifos	Prothioconazole
Bromacil	Diuron	Methidathion	Pyrazophos
Buturon	Epoxiconazol	Methiocarb	Pyrimethanil
Carbaryl	EPTC	Methomyl	Quinalphos
Carbendazim	Ethidimuron	Methoprotryn	Rimsulfuron
Carbetamid	Ethofumesat	Metobromuron	Sebuthyazin
Carbofuran	Ethoprophos	Metolachlor	Simazin
Chlorbromuron	Ethylenthioharnstoff	Metoxuron	Tebuconazol
Chlorfenvinphos	Famphur	Metribuzin	Terbuthylazin
Chloridazon	Fenamiphos	Mevinphos	Terbutryn
Chloroxuron	Fenpropimorph	Molinat	Thiacloprid
Chlortoluron	Fenthion	Monocrotophos	Thiamethoxam
Coumatetralyl	Fenuron	Monolinuron	Tolyfluanid
Cyanazin	Flzasulfuron	Monuron	Triadimefon
Cymoxanil	Flufenacet	Neburon	Triazophos
Demeton - S - methyl	Fluometuron	Oxamyl	Trichlorfon
Desethylatrazin	Flusilazol	Penconazol	Trietazin

Bestellinformation:

- ✓ Säule: Raptor™ ARC-18 2,7 µm 100 x 2.1mm (**Art-Nr. 9314A12**)
- ✓ Vorsäulensystem: Raptor™ Vorsäulenhalter (**Art-Nr. 25808**) + Raptor™ ARC-18 Vorsäulenkartusche 5x2.1mm (**Art-Nr. 9314A0252** (3/pk))
- ✓ Partikelfilter: UltraShield UHPLC-Filter 0.2 µm (**Art-Nr. 25809** (1/pk), **25810** (5/pk), **25811** (10/pk))

