

RESTEK ADVANTAGE

Visionen werden Wirklichkeit

vol. 043

Vereinfachte Paraquat/Diquat Analyse mit erhöhter Empfindlichkeit

neu!

Mit einer Ultra Quat HPLC Säule, einer einfachen mobilen Phase und einer neuen Probenextraktion

- Stabile Retentionszeiten und gute Peaksymmetrien ohne teure Ionenaustauschersäulen
- Keine komplizierten mobilen Phasen, gesteigerte Empfindlichkeit um 30%
- Einfache Probenvorbereitung und verbesserte Bestimmungsgrenze

Paraquat (Methylviologen) und Diquat sind unselektive Herbizide, welche in der Landwirtschaft eine breite Verwendung als Unkrautvertilgungsmittel finden (der Gebrauch von Paraquat in den USA ist eingeschränkt). Die sehr polaren, doppelt quaternären Amine (Bild 1) sind gut wasserlöslich und hochgiftig.

Die Verbindungen sind mit normaler Reversed Phase HPLC nur schwer zu bestimmen. Spezielle Ionenpaar Reversed Phase Methoden (z.B. EPA Methode 549) und spezielle Säulen mussten für diese Analyse entwickelt werden. Bei einer gängigen Technik werden, nach der chromatographischen Trennung auf einer Ionenaustauschersäule, in einem 'Post Column Reaktor' fluo-reszierende Komplexe gebildet, wodurch die Detektionsempfindlichkeit wesentlich verbessert wird. Diese Methode ist recht kostspielig und kann das Budget von kleineren Labors sprengen. Dazu kommt, dass Methoden die mit Ionenpaar Reaktionen arbeiten, wegen der komplexen chemischen Abläufe und den unterschiedlichen Säulenqualitäten der verschiedenen Hersteller, problematisch sind.

Die Chemiker von Restek haben nun eine einfache und zuverlässige Methode für die Bestimmung von

Paraquat und Diquat entwickelt. Basis ist die neue HPLC Säule „Ultra Quat“ und eine einzigartige mobile Phase. Die Bestimmung kann auf einem konventionellen HPLC System mit einem gewöhnlichen UV-Detektor ausgeführt werden. Anstelle der Technik, welche auf der Hydrophobizität der Säule und der Elutionkraft der mobilen Phase beruht, nutzt diese Technik den Chaotropismus - der Möglichkeit die Struktur des Wassers zu unterbrechen und somit die Interaktionen zwischen Probe, mobiler sowie stationärer Phase zu ändern. In diesem Fall wird die Löslichkeit der sehr polaren Verbindungen in der stationären Phase verstärkt. Anders ausgedrückt: Wir nutzen die chemische Regel ‚Gleiches löst Gleiches‘.

In dieser Ausgabe

Verbesserte Paraquat/Diquat Bestimmung mittels HPLC	1-2
Schnelle Analyse von Phthalaten auf einer Rtx®-5Sil MS Säule	3
Neue GC Säule für die Bestimmung von Pestiziden und PAK	4-5
Schnelle Bestimmung von Lösungsmittelrückständen	6-7
Verbesserte Kohlenwasserstoffbestimmung	8-9
Referenzlösungen für Europäische Pharmakopöe/Arzneimittelbuch Methoden	9
Schnellere GC/MS Bestimmung von flüchtigen, organischen Stoffen in Wasser	10-11
Neue Fachliteratur von Restek	11
Neue Umwelt Referenz Materialien	12
Minutenschneller Säulenwechsel am GC/MS ohne Belüftung	13
Innovatives Zubehör für Geräte	14
Chromatographie Zubehör	15
Ersatzlampen für HPLC Detektoren	16

Die Packung der neuen Ultra Quat Säule basiert auf einem Silica B um die geeignete Selektivität sicherzustellen und die Anzahl Silanolgruppen und Metallionen zu minimieren, welche Interaktionen mit der Probe und somit ein Peaktailing oder schwankende Retentionszeiten verursachen können.

Abbildung 2

Gleichbleibende Auflösung, Retentionszeiten und Peaksymmetrien für Paraquat und Diquat auf einer Ultra Quat Säule.

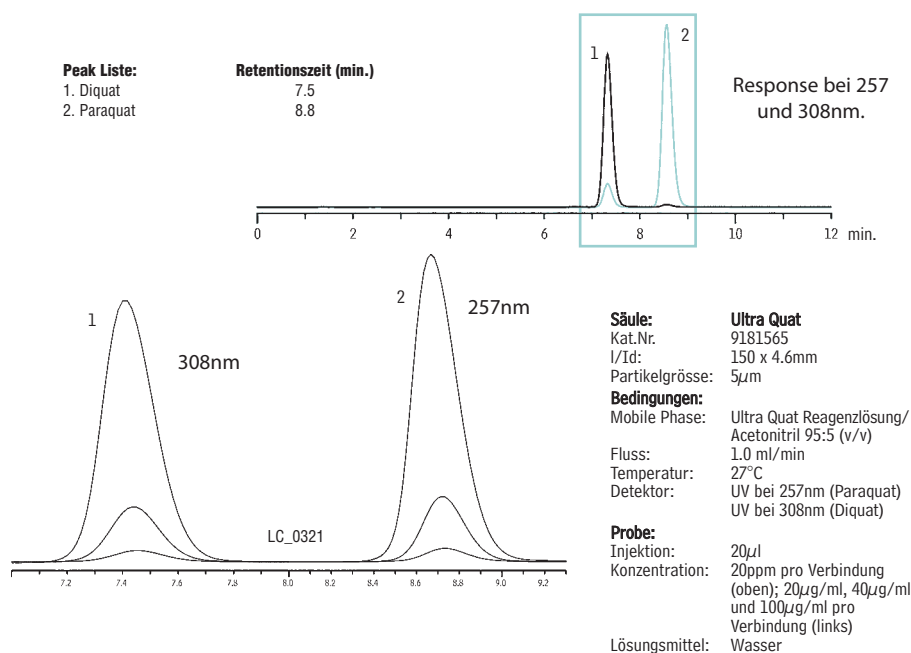
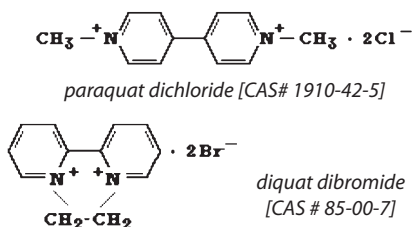


Abbildung 1

Strukturformeln von Paraquat und Diquat.



Die Reagenzlösung, welche wir der mobilen Phase zusetzen (Ultra Quat Reagenzlösung Kat.Nr. 32441), ändert die chemischen Eigenschaften des Analyten bezüglich der Säule und der mobilen Phase. Sie vermindert seine Wasserlöslichkeit, sowie die Neigung zur Wasserstoffbrückenbildung. Die polaren Komplexe zwingt es sich in der stationären Phase zu lösen und erhöht somit die Retention. Anders als bei Ionenpaar Techniken wird bei unserem Verfahren nur Wasser, Ultra Quat Reagenzlösung und Acetonitril, welches keine Wasserstoffbrücken bildet, verwendet. Um die maximale Empfindlichkeit zu erhalten wird Paraquat bei 257nm und Diquat bei 308nm gemessen. Die Bestimmungsgrenze (LOQ) für beide Herbizide liegt bei 6ppb im Probenextrakt, das sind 0.12ng pro Einspritzung. Die entsprechenden Daten sind in Tabelle 1 aufgelistet. Verwendet man bei der Probenvorbereitung einen 200fachen Aufkonzentrierungsschritt mittels Festphasenextraktion, wie in Tabelle 2 beschrieben, liegt die Bestimmungsgrenze bei 0.03ppb. Das ist eine deutliche Verbesserung gegenüber der herkömmlichen Methode.

Tabelle 1

Ungefähre Detektionsgrenze und Bestimmungsgrenze für Paraquat und Diquat auf einer Ultra Quat Säule.

Detektionsgrenze (LOD) pro Einspritzung : 0.12ng
Bestimmungsgrenze (LDQ) pro Einspritzung : 1.2ng

Proben Volumen (ml)	Injektions Volumen (µl)	Detektionsgrenze (ppb)	Bestimmungsgrenze (ppb)
1	20	6	20
100	20	0.06	0.2
250	20	0.024	0.08
1000	20	0.006	0.02
1	100	1.2	4
100	100	0.012	0.04
250	100	0.0048	0.016
1000	100	0.0012	0.004
1	200	0.6	2
100	200	0.006	0.02
250	200	0.0024	0.008
1000	200	0.0006	0.002

Ultra Quat HPLC Säule
Physikalische Eigenschaften:

Partikelgröße: 5µm, sphärisch
pH Bereich: 2.5 bis 7.5
Temperaturlimit: 80°C



5µm Säule, 4.6mm Id	Kat.Nr.
150mm	9181565

Ultra Quat Vorsäulen

Länge	4.0mm Id Kat.Nr.
10mm	918150210
20mm	918150220

Abbildung 2 zeigt die übereinander liegenden Chromatogramme von Paraquat und Diquat in einem Konzentrationsbereich von 20 bis 100µg/ml. Trennung, Retentionszeiten und Peaksymmetrie sind reproduzierbar. Die Peakflächen bis 100µg/ml liegen im linearen Bereich.

Wichtig: Alle Glaswaren, die verwendet werden, müssen deaktiviert sein. Ein geeignetes Mittel ist z.B. Dimethyldichlorsilan (Kat.Nr. 31840). Die EPA Methode 549.2 verlangt eine Zweitanalyse der Proben, wenn die Response für die Referenzsubstanzen sich um mehr als 20% während der Analysenzeit ändert. Unsere Untersuchungen ergaben, dass die Referenzlösungen sich in unbehandelten Glaswaren bereits nach einer Stunde zersetzen. Verluste von 30% Response waren nicht selten.

Verwenden Sie für die anspruchsvolle Paraquat/Diquat Bestimmung unsere neue Ultra Quat Säule, die Ultra Quat Reagenzlösung, die Paraquat/Diquat Kalibrierlösung sowie unser

neues Extraktionsverfahren. In dieser Kombination erhalten Sie genaue und reproduzierbare Resultate.

Zusammenfassung

Die sehr polaren Verbindungen Paraquat und Diquat können nicht mit einer normalen Reversed Phase HPLC Säule getrennt werden ohne der mobilen Phase einen Ionenpaar Modifizierer zuzusetzen. Die bei gängigen Methoden verwendeten Ionenpaar Reagenzien erlauben weder eine optimale Chromatographie noch eine Detektion unter 0.7µg/ml. Wir haben eine Säule und einen Zusatz für die mobile Phase entwickelt, um Paraquat und Diquat gut zu chromatographieren und eine Detektionsgrenze von 0.5µg/ml zu erreichen, was einer Verbesserung von 30% entspricht.

Tabelle 2

Festphasen Extraktion von Diquat und Paraquat aus wässrigen Lösungen.

Proben Extraktion

- SPE-Säule: Restek WCX, schwacher Kationenaustauscher, 3ml/500mg, Kat.Nr. 26062.
- Proben: In 1 Liter entionisiertes Wasser je 50µg Diquat und Paraquat zugeben. Zusatz zu den Proben von 20µL 549.2 Eichlösung (Kat.Nr. 32437), verdünnt in Wasser (HPLC Qualität).
- Konditionierung: 3ml Acetonitril, anschliessend 3ml entionisiertes Wasser. Nicht trocken laufen lassen.
- Extraktion: 1 Liter der Wasserprobe mit einem Fluss von 5-10ml/min durch die Kartusche laufen lassen. 5ml Messkolben unter die Extraktionsröhrchen stellen. 1ml Säurelösung* auf jedes Röhrchen geben und einziehen lassen. 1 Minute warten. Danach tropfenweise in den Messkolben eluieren. Vorgang mit 2 x 2ml Säurelösung wiederholen. Danach bis Eichmarke mit Säurelösung auffüllen.
- Analyse: Das Eluat wird mit 20µl konzentrierter Ammoniumhydroxidlösung neutralisiert. Der pH-Wert wird mit Indikatorpapier kontrolliert und die Menge Ammoniumhydroxidlösung eventuell angepasst. Anschliessend wird am HPLC gemessen.

*1ml 85% H₃PO₄ gelöst in 1 Liter entionisiertem Wasser (HPLC Qualität) entspricht einer 0.1%igen Lösung.

Resultate

Probe	Wiederfindung (%)	RSD (%)
diquat	99.0	0.89 (n=5)
paraquat	96.3	1.59 (n=5)

Extrahierte Proben wurden in Silcote™ CL7 deaktivierten Autosampler Flaschen (Kat.Nr 24671) gelagert und analysiert. Flaschen und Einsätze aus Polypropylen können ebenfalls verwendet werden (z.B. Kat.Nr. 24651).

Ultra Quat Reagenzlösung

Stück
In Wasser, 20ml/Ampulle
32441

Paraquat & Diquat Kalibrierlösung

Diquatdibromid	Paraquatdichlorid
Stück	
jeweils 1,000µg/ml in Wasser, 1ml/Ampulle	
32437	

WCX SPE-Säulen



3mL/500mg, VE 50, Kat.Nr. 26062

Gratis Datenpakete

Restek bietet jetzt Datenpakete für analytisches Referenzmaterial an. Diese können Sie kostenlos von unserer Webseite www.restek.com/datapacks herunterladen. Geben Sie einfach die Bestellnummer und Seriennummer des bestellten Produkts ein und Sie erhalten eine PDF Datei zum Ausdrucken.

GC/MS Analyse von Phthalat- und Adipatestern in Trinkwasser

Mit neuen Restek Referenz Lösungen und einer 'Low-Bleed' GC-Säule

- Neue Standards für Kalibration und Qualitätskontrolle sparen Vorbereitungszeit
- Stabile Basislinien mit einer Rtx®-5Sil MS Säule. Niedriges Säulenbluten steigert die Sensitivität
- Schnelle Analyse und ausgezeichnete Trennung

Phthalatester sind von grossem Interesse wegen ihrer weiten Verbreitung als Weichmacher in Plastikprodukten. Sie sind sowohl in der Umwelt als auch in unserer Nahrungskette zu finden. In den Vereinigten Staaten hat die Environmental Protection Agency (EPA) Trinkwasserstandards für zwei der mittelflüchtigen Substanzen, möglicherweise Karzinogene, erlassen. Diese Verbindungen sind bis(2-Ethyl-Hexyl)Phthalat und bis(2-Ethylhexyl)Adipat. Spuren dieser Stoffe können die Trinkwasserqualität negativ beeinflussen. Die EPA Methode 506 beschreibt ein Verfahren um sieben Phthalate und Adipate zu extrahieren, zu identifizieren und zu quantifizieren. Empfohlen wird eine flüssig/flüssig Extraktion (Methylenchlorid/Hexan) oder eine flüssig/fest Extraktion (Octadecyl C18 Filter, z.B. Restek Kat.Nr. 24004) mit anschließender Aufkonzentrierung des Extraktes auf 1ml und nachfolgender Bestimmung mittels kombinierter Gaschromatographie / Massenspektrometrie.

Zwei neue Referenz Materialien für die Bestimmung von Phthalat- und Adipatestern wurden nach Vorgabe der EPA Methode 506 zusammengestellt. Ein 506 Calibration Mix in Isooktan mit einer Konzentration von 1000µg/ml (entsprechend der Methodenempfehlung) sowie ein 506 Laboratory Performance Check Mix in Methanol (Purge and Trap Qualität), in der die Konzentration der Komponenten um den Faktor 105 über der Methoden Detektionsgrenze (MDL) liegt.

In unserem Bestreben die Gaschromatographie ständig weiter zu entwickeln und die Detektionsgrenzen zu verbessern, haben wir für

Rtx®-5Sil MS Säule (Fused Silica)

(Selektivität entspricht Crossbond® 5% Diphenyl- / 95% Dimethylpolysiloxan) (Temperaturbereich -60°C bis 330°C)

30m, 0.25mm Id, 0.25µm Film
Kat.Nr. 12723



Resprep™-C18 & Resprep™-C8 SPE Filter

- 47mm Glasfaser Filter mit C18 oder C8 gebundenem Kieselgel.
- Extrahiert mittelflüchtige organische Verbindungen.
- Aufbau mit tiefen Poren vermindert Verstopfungen und ermöglicht schnelle Flussraten.
- Entspricht den Anforderungen der EPA Methoden 525.1, 506, 550.1 und 549.1.
- Preiswerter als Teflon® Filter.

Beschreibung	Menge	Kat.Nr.
Resprep™-C18 47mm SPE Filter	VE 20	24004
Resprep™-C8 47mm SPE Filter	VE 24	24048

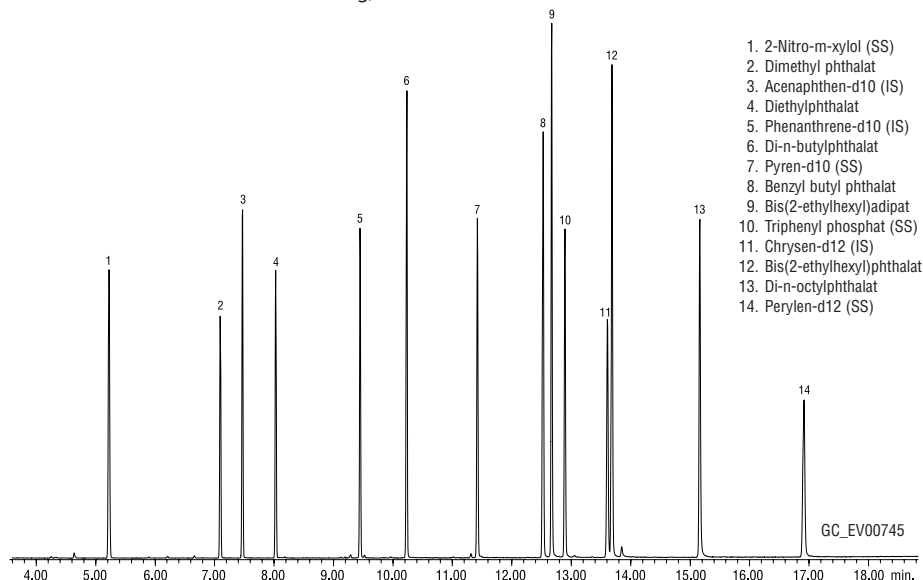
diese und andere Anwendungen neue Silikonpolymere als Stationäre Phasen auf der Basis der Crossbond® Vernetzungstechnologie synthetisiert. Durch die daraus resultierenden, stabileren Basislinien bei hohen Temperaturen, verbessert sich das Signal/Rausch Verhältnis und damit die Empfindlichkeit.

Die EPA Methode 506 empfiehlt für die Analyse von sehr geringen Mengen Phthalat- und Adipatestern den Gebrauch eines Photoionisationsdetektors (PID). Sie erlaubt aber auch andere Detektionsverfahren, solange eine

ausreichende Empfindlichkeit nachgewiesen werden kann. Abbildung 1 zeigt eine GC/MS Analyse von Phthalaten und Adipaten auf einer Rtx®-5Sil MS Säule. Das Säulenbluten ist sehr gering obwohl eine Ofentemperatur von 310°C nötig war um den Phthalatester mit dem höchsten Siedepunkt zu eluieren. Bei dieser Temperatur hätte eine un stabile Basislinie bereits einen negativen Einfluss auf die Detektionsgrenze. Die Starttemperatur von 80°C und die Programmrate von 18°C/min ermöglichen eine schnelle Analyse, ohne die Trennung zu verschlechtern. Es wurden die interne Standards und Surrogate der EPA Methode 525.2 verwendet, da keine spezifischen Komponenten aufgelistet sind.

Bei der Bestimmung von Phthalat- und Adipatestern kann eine Low-Bleed Rtx®-5Sil MS Säule die Detektionsgrenze und die Zuverlässigkeit der Daten optimieren.

Abbildung 1 Schnelle Analyse von Phthalaten, mit ausgezeichneter Trennung, dank einer Rtx®-5Sil MS Säule.



1. 2-Nitro-m-xylol (SS)
2. Dimethyl phthalat
3. Acenaphthen-d10 (IS)
4. Diethylphthalat
5. Phenanthrene-d10 (IS)
6. Di-n-butylphthalat
7. Pyren-d10 (SS)
8. Benzyl butyl phthalat
9. Bis(2-ethylhexyl)adipat
10. Triphenyl phosphat (SS)
11. Chrysen-d12 (IS)
12. Bis(2-ethylhexyl)phthalat
13. Di-n-octylphthalat
14. Perylen-d12 (SS)

506 Laboratory Performance Check Mix

Benzyl-butyl-phthalat	250µg/mL	Di-n-octyl phthalat	650
Bis(2-ethylhexyl)-adipat	1200	Diethyl-phthalat	100
Bis(2-ethylhexyl)-phthalat	250	Dimethyl-phthalat	100
Di-n-butyl phthalat	100		

Stück
In P&T Methanol, 1ml/Ampulle
31844

506 Calibration Mix

Benzyl-butyl-phthalat	Di-n-octyl phthalat
Bis(2-ethylhexyl)-adipat	Diethyl-phthalat
Bis(2-ethylhexyl)-phthalat	Dimethyl-phthalat
Di-n-butyl phthalat	

Stück
jeweils 1,000µg/ml in Isooktan,
31845

Säule:	Rtx®-5Sil MS, 30m, 0.25mm Id, 0.25µm (Kat.Nr. 12723)
Probe:	506 Calibration Mix, 1000µg/ml pro Komponente (Kat.Nr. 31845) Method 525.2 Internal Standard Mix (Kat.Nr. 31825) Method 525.2 Surrogate Standard Mix (Kat.Nr. 31826)
Injektion:	1.0µl, 20ppm pro Komponente auf einen 4mm Splitless Single Gooseneck Liner (Kat.Nr. 20799), Splitless Hold Time 0.40 min, 0.45 min Pressure Pulse @ 50psi Agilent 6890
GC:	Agilent 6890
Injektor:	270°C
Trärgas:	Helium (flussgeregelt)
Flussrate:	1.0ml/min.
Ofen:	80°C (hold 0.5 min.) bis 260°C mit 18°C/min, bis 310°C mit 6°C/min (hold 1 min.)
Detektor:	Agilent 5973 GC/MS
Transfer Line:	280°C
Scan Range:	35–550 amu
Solvent Delay:	3 min.
Tune:	DFTPP

Gratis Datenpakete

Restek bietet jetzt Datenpakete für analytisches Referenzmaterial an. Diese können Sie kostenlos von unserer Webseite www.restek.com/datapacks herunterladen. Geben Sie einfach die Bestellnummer und Seriennummer des bestellten Produkts ein und Sie erhalten eine PDF Datei zum Ausdrucken.

neu!
★

Schnelle 2-Säulenanalyse von Pestiziden und PAK's

Auf einer Rtx®-440 Kapillarsäule

- Bestimmung von 20 chlorierten Pestiziden in weniger als 9 Minuten
- Bestimmung von 16 PAK's in 22 Minuten
- Neue hochauflösende Low-Bleed Säule - ideal für die 2-Säulenanalyse

Die Bestimmung von Organochlorpestiziden und Polyaromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK's) ist sehr anspruchsvoll. Häufig auftretende Probleme sind Absorptionen und schlechte Linearität. Als Folge ist die Quantifizierung sehr aufwendig und zeitraubend. Die Qualität der Säulen, im Bezug auf Säuleninertheit und Säulenbluten, ist äußerst wichtig um empfindlich

und reproduzierbar messen zu können. Einige Peakpaare bei der PAK Bestimmung werden nur schlecht getrennt oder von störenden Kohlenwasserstoffen überlagert, was eine 2. Säule zur Bestätigung erfordert. Der größtmögliche Probendurchsatz wird bei Messungen mit konstantem Druck erreicht.

Abbildung 1 Trennung von 20 Organochlorpestiziden auf einer Rtx®-440 Säule in weniger als 9 Minuten

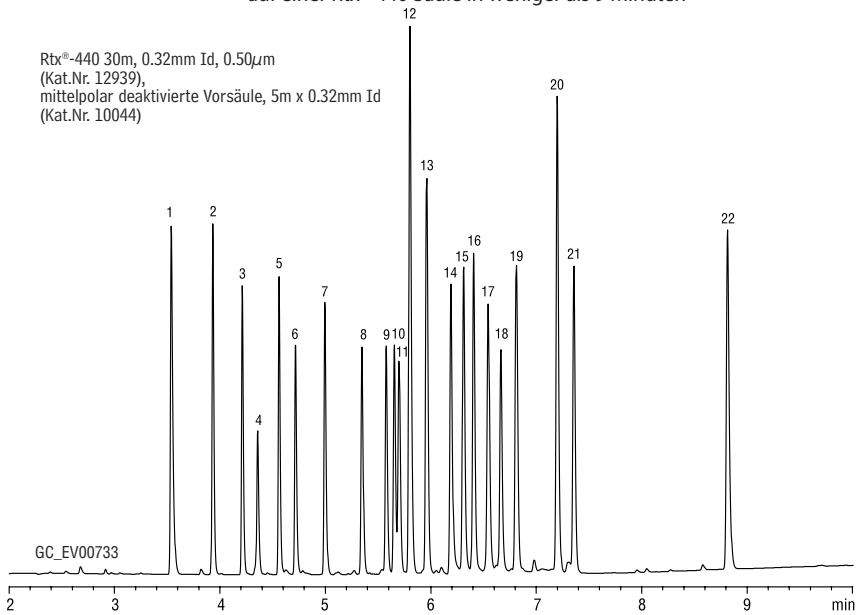
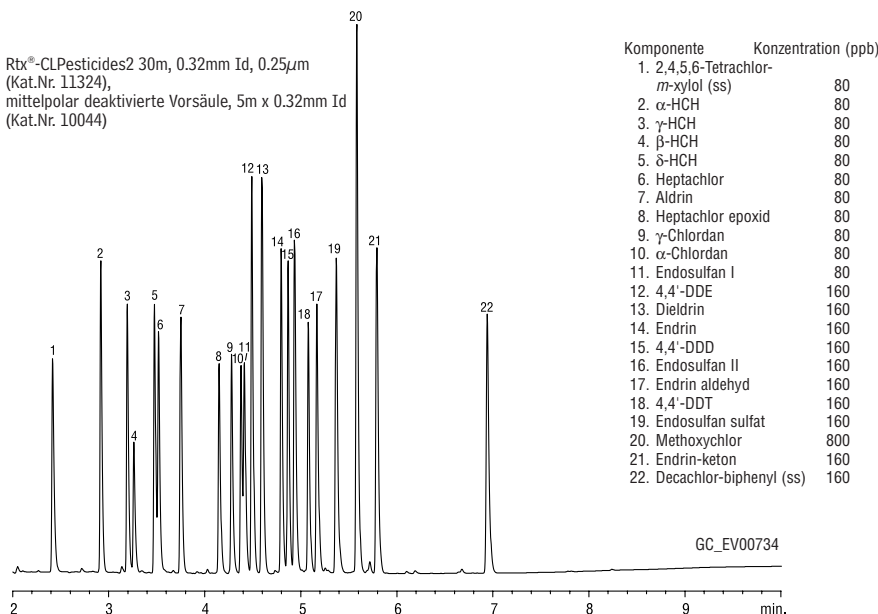


Abbildung 2 Eine Rtx®-CLPesticides2 Säule ergänzt die Rtx®-440 Säule bei der 2-Säulenanalyse von Organochlorpestiziden



Die neue Rtx®-440 Säule von Restek ist eine exzellente Wahl für diese anspruchsvolle Applikation

Organochlorpestizide:

Eine Analyse in weniger als 10 Minuten. Abbildung 1 zeigt die Trennung der 20 meist-analysierten Pestiziden auf einer Rtx®-440 in weniger als 10 Minuten. Nur α -Chlordan und Endosulfan I (Peak 10 & 11) sind nicht Basislinie getrennt. Das die Säule äußerst thermostabil ist verdeutlicht die Basislinie, die zwischen Starttemperatur und Endtemperatur von 330°C praktisch nicht ansteigt. Für diese 2-Säulenanalyse lässt sich die Rtx®-440 Säule sehr gut mit einer Rtx®-CLPesticides2 Säule kombinieren. Sie bietet ebenso eine schnelle und gute Trennung (Abbildung 2), bis auf die Umkehrung der Elutionsreihenfolge bei Endrin-aldehyd und 4,4'-DDT (Peak 17 & 18). Beide Säulen können, durch die Kopplung über ein 3-weg „Y“-Verbinder an ein 5m Stück mittelpolar deaktivierte Vorsäule, parallel betrieben werden.

Polyaromatische Kohlenwasserstoffe:

Basislinientrennung der kritischen Paare Abbildung 3 zeigt die Elution von 16 PAK's auf einer Rtx®-440 Säule in weniger als 18 Minuten. Zwei kritische Paare, Phenanthren/Anthracen (Peak 5 und 6) sowie Benzo(a)anthracen/Chrysen (Peak 9 und 10), sind Basislinie getrennt. Benzo(b)fluoranthren und Benzo(k)fluoranthren (Peak 11 und 12) sowie Indeno(1,2,3-cd)pyren und Dibenzo(a,h)anthracen (Peak 14 und 15) sind annähernd getrennt. Beachten Sie bitte die ausgezeichnete Thermostabilität der Säule. Ein Basislinienanstieg ist selbst bei 320°C kaum zu bemerken. Wie im Applikationsteil des Hauptkataloges ersichtlich ist, können gleiche Resultate auf einer Rtx®-5Sil MS Säule oder einer Rtx®-CLPesticides2 Säule, bei konstantem Fluss, erzielt werden. Beide Säulen eignen sich für die 2-Säulenanalyse in Kombination mit einer Rtx®-440 und Detektion am FID.

Bedingungen für Abbildung 1 und 2

Probe: Organochlorpestizid Mix AB #2 (Kat.Nr. 32292), 2,4,5,6-Tetrachlor-*m*-xylyl (ss) (Kat.Nr. 32027), Decachlor-biphenyl (ss) (Kat.Nr. 32029), gelöst in Hexan, Einspritzmengen siehe Abbildung

Injektion: 1.0µl Splitless (hold 0.75 min.), 4mm Uniliner® Inlet Liner (Kat.Nr. 21055)

Injektor Temperatur: 225°C

Trägergas: Wasserstoff (druckgeregelt)

Lineare Geschwindigkeit: 73cm/s (Rtx®-440) oder 77cm/s bei 140°C (Rtx®-CLPesticides2)

Ofen.: 140°C (hold 0.5 min.) auf 268°C mit 30°C/min., auf 290°C mit 11°C/min., auf 330°C mit 25°C/min. (hold 5 min.)

Detektor: ECD bei 320°C

Zusammenfassung.

Die neue Rtx®-440 Säule ist eine hervorragende Ergänzung zum bestehenden Angebot innovativer Säulen von Restek. Sie zeigt eine hohe Temperaturstabilität und ist auf Grund ihrer Selektivität eine gute Alternative zur Rtx®-CLPesticides2 Säule für die Bestimmung von Organochlorpestiziden. In Kombination mit einer Rtx®-CLPesticides2 Säule werden für die Organochlorpestizide Laufzeiten von <10 Minuten erreicht. Zusammen mit einer Rtx®-5Sil MS oder einer Rtx®-CLPesticides2 Säule dient sie als Bestätigungssäule für die PAK Bestimmung.

Organochlorpestizide Mix AB #2

	8µg/mL		
Aldrin		Dieldrin	16
α-HCH	8	Endosulfan I	8
β-HCH	8	Endosulfan II	16
δ-HCH	8	Endosulfan-sulfat	16
γ-HCH (Lindan)	8	Endrin	16
α-Chlordan	8	Endrin-aldehyd	16
γ-Chlordan	8	Endrin-ke-ton	16
4,4'-DDD	16	Heptachlor	8
4,4'-DDE	16	Heptachlor-epoxid (B)	8
4,4'-DDT	16	Methoxychlor	80

Stück

In Hexan:Toluol (1:1), 1ml/Ampulle
32292

2,4,5,6-Tetrachlor-m-xylol

Stück

200µg/ml in Aceton, 1ml/Ampulle
32027

200µg/ml in Aceton, 5ml/Ampulle
32028

Decachlorbiphenyl (BZ #209)

Stück

10µg/ml in Isooktan, 1,1/Ampulle
32289

200µg/ml in Aceton, 1ml/Ampulle
32029

200µg/ml in Aceton, 5ml/Ampulle
32030

Rtx®-440 Säulen (Fused Silica)

Id	Film (µm)	max. Temperatur	30m
0.25mm	0.25	20°C bis 320/340°C	12923
	0.50	20°C bis 320/340°C	12938
0.32mm	0.25	20°C bis 320/340°C	12924
	0.50	20°C bis 320/340°C	12939
0.53mm	0.50	20°C bis 320/340°C	12940
	1.00	20°C bis 320/340°C	12955

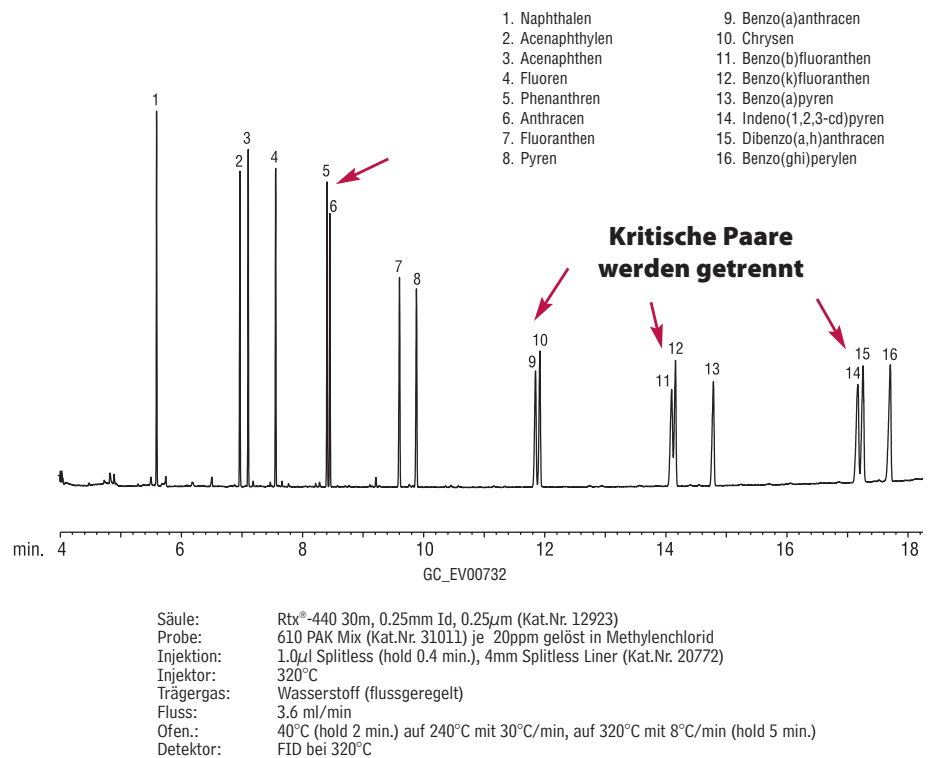
Rtx®-CLPesticides2 Säulen (Fused Silica)

Id	Film (µm)	max. Temperatur	10m	15m	20m	30m	60m
0.10mm	0.10	-60 bis 310/330°C	43301		43302		
0.18mm	0.14	-60 bis 310/330°C	42301		42302		
0.25mm	0.20	-60 bis 320/340°C		11320		11323	11326
0.32mm	0.25	-60 bis 320/340°C		11321		11324	
0.53mm	0.42	-60 bis 300/320°C		11337		11340	

Gratis Datenpakete

Restek bietet jetzt Datenpakete für analytisches Referenzmaterial an. Diese können Sie kostenlos von unserer Webseite www.restek.com/datapacks herunterladen. Geben Sie einfach die Bestellnummer und Seriennummer des bestellten Produkts ein und Sie erhalten eine PDF Datei zum Ausdrucken.

Abbildung 3 Trennung von 16 PAKs in 22 Minuten auf einer Rtx®-440 Säule (inkl. der kritischen Paare)



Suchen Sie ein Chromatogramm?
www.restek.com

SV Calibration Mix #5 / 610 PAK Mix

Acenaphthen	Chrysen
Acenaphthylen	Dibenzo(a,h)anthracen
Anthracen	Fluoranthren
Benzo(a)anthracen	Fluoren
Benzo(a)pyren	Indeno(1,2,3-cd)pyren
Benzo(b)fluoranthren	Naphthalen
Benzo(k)fluoranthren	Phenanthren
Benzo(ghi)perylene	Pyren

Stück

jeweils 2,000µg/ml in Methylchlorid, 1ml/Ampulle
31011

SeCure™ "Y" Verbinder

- Gebrauch von Standard "Y" Press-Tight® Verbindern und 1/16" Graphitdichtungen.
- Zuverlässige Verbindung - löst sich nicht während den Programmzyklen.
- Offenes Design erlaubt die visuelle Kontrolle der Verbindung.



Restek
Innovation!

Kit beinhaltet: SeCure™ "Y" Halter, 3 gerändelte Muttern, 1 "Y" Universal Press-Tight® Verbinder, 3 Dichtungen.

Beschreibung	Ferrulegröße abhängig vom		
	Säulen ID	Menge	Kat.Nr.
SeCure™ "Y"			
Verbinder-Kit	0.25/0.28	Kit	20276
SeCure™ "Y"			
Verbinder-Kit	0.28/0.32	Kit	20277
SeCure™ "Y"			
Verbinder-Kit	0.45/0.53	Kit	20278
Verschraubung	VE 3		20279

Schnelle Analyse von Restlösmitteln in Arzneimitteln

Restek
Innovation!

Mittels Headspace Sampling und Stop-Flow GC



Das Modul wird einfach an einen Agilent 6890 GC gehängt!

- Trennung von 35 Lösungsmitteln in 18 Minuten
- Einfache Methode mit einem Säulenpaar und einer Geräteeinstellung für alle ICH Klasse I und II Lösungsmittel
- Einfach zu installierendes System

Die International Conference on Harmonization (ICH) gibt Empfehlungen zu den zulässigen Mengen Restlösmitteln in Arzneimitteln ab. Die ICH hat dazu Richtlinien und tägliche Expositionsgrenzen von 61 Lösungsmitteln veröffentlicht, deren Toxizität in drei Gruppen klassifiziert wird. Klasse I Lösungsmittel sind bekannte Karzinogene und Umweltschadstoffe, die möglichst vermieden werden sollten. Klasse II Lösungsmittel sind weniger toxisch, aber ihr Gebrauch sollte eingeschränkt werden. Die Lösungsmittel der Klasse III besitzen niedrige Toxizität oder sind nicht Gesundheitsgefährdend.¹ Alle pharmazeutischen Produkte müssen unabhängig von der Matrix auf Restlösmittel untersucht werden. Um alle aufgelisteten Lösungsmittel analytisch zu erfassen, ist unter Umständen eine Vielzahl von Methoden notwendig. Komplexe Methoden und aufwendige Regulierungen sind dabei die grosse Herausforderung in der pharmazeutischen Produktion.

Im Februar 2004 entwickelte Teledyne Tekmar eine universelle analytische Methode zur Extraktion und Bestimmung von 32 ICH Klasse II und III Restlösmitteln unter der Verwendung von Static Headspace Sampling.² Gleichzeitig entwickelten Chemiker von Restek eine neue Technologie um die Klasse I und II Lösungsmittel zu trennen - die Stop-Flow GC. Leider fehlte eine geeignete Methode zur Probenaufbereitung, um die Detektionsgrenzen der ICH zu erreichen. Durch die Kombination des Teledyne Tekmar 7000HT Autosamplers und der Stop-Flow GC Technologie ist es nun möglich, die notwendige Auflösung und Empfindlichkeit sowie rasche Analysenzeiten für die Klasse I und II Restlösmittel zu erreichen. Bei der Stop-Flow GC werden die Lösungsmittel auf zwei in

Serie gekoppelten Säulen getrennt. In diesem Fall einer Stabilwax Säule und einer Rtx-200 Säule. Der Trägergasfluss durch die zweite Säule wird dabei, um die Trennung zu optimieren, kurz unterbrochen (Stop-Flow Impulse).

Werden 2 Komponenten auf zwei in Serie gekoppelten GC-Säulen analysiert, können folgende 4 Fälle eintreten: 1. Die beiden Substanzen sind an der Säulenkopplung getrennt und bleiben es auch am Ende der zweiten Säule; 2. Die beiden Substanzen koeluiieren an der Säulenkopplung, werden aber auf der zweiten Säule getrennt; 3. Die beiden Substanzen sind nach der ersten Säule getrennt, koeluiieren aber am Ende der zweiten Säule; 4. Die beiden Substanzen koeluiieren nach der ersten und der zweiten Säule. Im Fall 1 und 2 ist keine Anpassung nötig. Im Fall 4 sollten andere stationäre Phasen verwendet werden, um wenigstens auf einer Säule eine Trennung zu erreichen. Im Fall 3 kommt die Stop-Flow GC zum Zug. Der Trägergasfluss in die zweite Säule wird unmittelbar nachdem die erste der beiden zu trennenden Substanzen in die zweite Säule gelangt ist unterbrochen, während die zweite Substanz sich immer noch in der ersten Säule befindet. Der Zeitpunkt und die Dauer des Stop-Flow Impulses wird so gesetzt, dass die beiden Substanzen bis zum Schluss getrennt bleiben. Für die Wahl der richtigen Säulenkombination werden die Komponenten zuerst auf jeder Säule einzeln gemessen. Dies ist notwendig um sicher zu stellen, dass auf mindestens einer stationären Phase eine Trennung erreicht wird.

In der Abbildung 1 wurden drei Stop-Flow Impulse gesetzt, um die drei Lösungsmittel Trichlorethen, Acetonitril und Chloroform zu trennen. Die anderen Komponenten wurden durch Optimierung von Trägergasfluss und

Temperaturprogramm getrennt. Keine weiteren Stop-Flow Impulse waren nötig. Das Chromatogramm zeigt die Trennung von allen ICH Klasse I und II Lösungsmitteln in einer Konzentration von 200ppm. Einzig Ethylenglykol konnte bei 200 ppm nicht detektiert werden. Als Lösungsmittel wurde DMI (1,3-Dimethyl-2-imidazolinon) verwendet. Durch die Trennung von eng aneinander liegenden Substanzpaaren mittels Stop-Flow GC wird für pharmazeutische Labors die Überwachung aller ICH Klasse I und II Lösungsmittel mit einem Säulenpaar und in einem Analysendurchgang möglich. Die Bestimmung der 35 Lösungsmittel der Klasse I und II ist schnell, empfindlich und kostengünstig. Falls Sie Restlösmittel in pharmazeutischen Produkten überwachen müssen, möchten wir Ihnen die Gelegenheit bieten, mit uns über die praktische Anwendung der Stop-Flow GC bei Ihnen, zu diskutieren.

Referenzen

1. ICH Guidance for Industry, Q3A Impurities: Residual Solvents US Dept. of Health and Human Services, Food and Drug Administration, Center for Drug Evaluation and Research, Center for Biologics Evaluation and Research (CBER). International Conference on Harmonization, Dec. 1997.
2. Wallace, B. and J. Kancler. One Universal Method for Residual Solvents in Pharmaceuticals Using a High Temperature Static Headspace Sample Introduction System Application Note 7000-021b.doc, Teledyne Tekmar Instruments, Feb. 2004.
3. Wittrig, R.E.; F.L. Dorman, C.M. English, R.D. Sachs, J. Chromatogr. A 1027: 75-82 (2004).

Danksagung

An Brian Wallace von Teledyne Tekmar für die Nutzung des 7000HT Headspace Autosamplers.

Wussten Sie schon ?



Wir offerieren Referenzlösungen für die Bestimmung von Restlösmitteln nach EP und USP. Eine Auflistung finden Sie auf Seite 9 Für weitere Referenzlösungen verweisen wir auf unseren Chromatographie Zubehörkatalog oder unsere Website www.restek.com.

Stop-Flow GC für Agilent 6890 GCs

Beschreibung	Menge	Kat.Nr.
Stop-Flow System für den Cool On-Column EPC (enthält: Stop-Flow Modul, Montageplatte, Gasversorgung (1 Leitung) und Interface Kabel)	Kit	21168
Stop-Flow System für den Split/Splitless EPC (enthält: Stop-Flow Modul, Montageplatte, Gasversorgung (2 Leitungen) und Interface Kabel)	Kit	21169

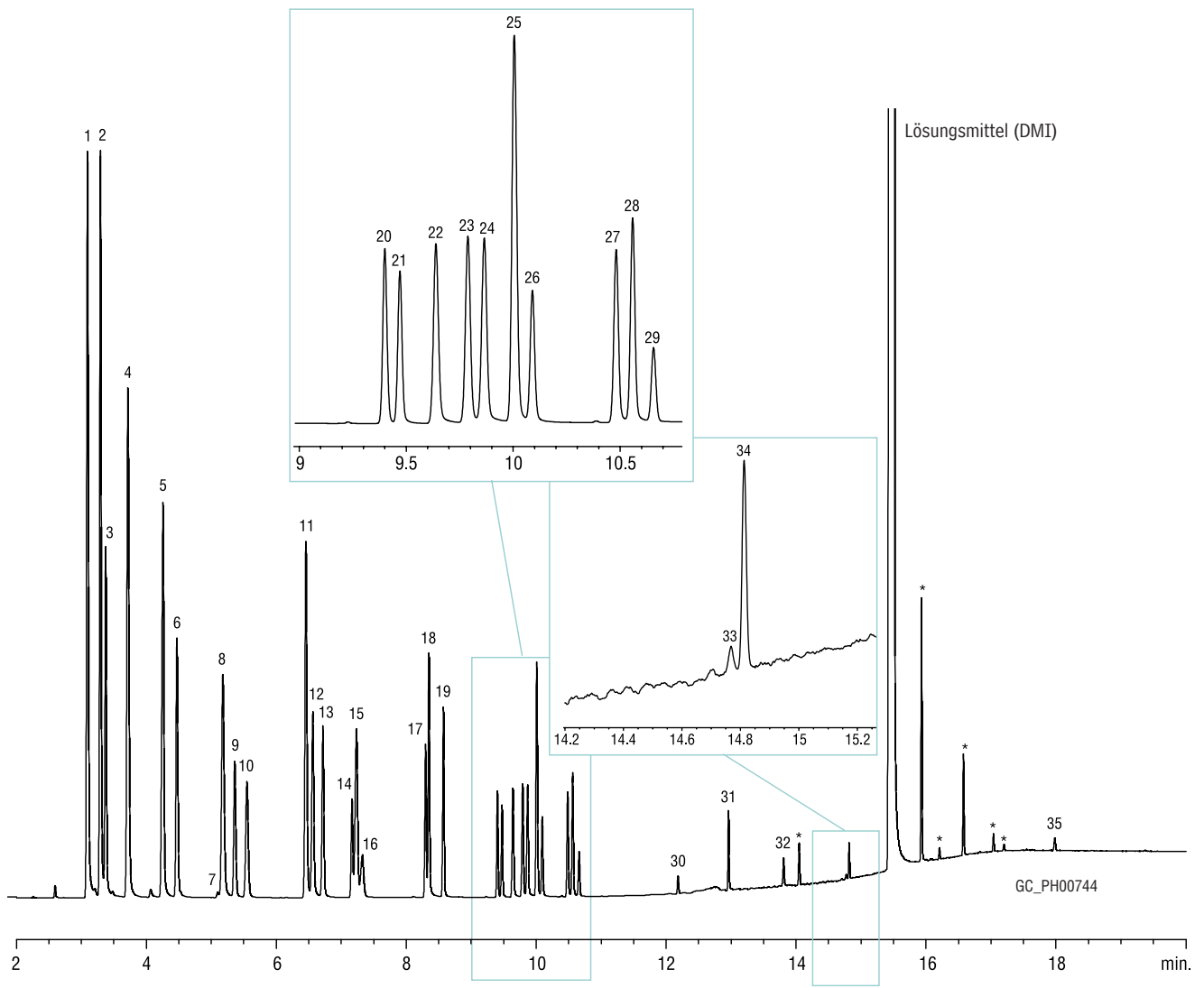
Stabilwax® Säule

15m, 0.25mm, Id 0.5µm Film, Kat.Nr. 10635

Rtx®-200 Säule

30m, 0.25mm Id, 1.0µm Film, Kat.Nr. 15053

Abbildung 1 Stop-Flow GC ermöglicht eine schnelle und empfindliche Bestimmung der ICH Klasse I und II Restlösmittel.



1. 2-Methylpentan
2. Hexan
3. 1,1-Dichlorethen
4. Methylcyclopentan
5. Methanol
6. trans-1,2-Dichlorethen
7. Tetrachlorkohlenstoff
8. Methylcyclohexan
9. Methylenchlorid

10. 1,1,1-Trichlorethan
11. Benzol
12. 1,2-Dimethoxyethan
13. cis-1,2-Dichlorethen
14. Trichlorethen
15. Acetonitril
16. Chloroform
17. 1,2-Dichlorethan
18. Toluol

19. 1,4-Dioxan
20. Nitromethan
21. 2-Methoxyethanol
22. 2-Hexanon
23. p-Xylol
24. m-Xylol
25. Pyridin
26. 2-Ethoxyethanol
27. o-Xylol

28. Chlorbenzol
 29. 1,1,2-Trichlorethan
 30. Dimethylformamid (DMF)
 31. N,N-Dimethylacetamid
 32. 1,2,3,4-Tetrahydronaphthalin
 33. Formamid
 34. 1-Methyl-2-pyrrolidinon
 35. Sulfolan
- *Verunreinigungen im Lösungsmittel

Headspace Bedingungen:

Instrument: Teledyne Tekmar 7000HT High Temperature Static Headspace Unit
 Temperatur: 140°C
 Probenkonditionierung: 5 min.
 Mischzeit: 10 min.
 Rührstufe: 2
 Stabilisierungszeit: 1 min.
 Druckzeit: 0.2 min.
 Druckausgleich: 0.3 min.
 Flaschenvolumen.: 22ml (Hochtemperatur Flaschen)
 Loop Volumen: 1ml (normale Ausführung, Silcosteel® behandelt)
 Loop Temperatur: 250°C
 Loop Füllzeit: 0.1 min.
 Loop Equilibrierung: 0.05 min.
 Injektionszeit: 1.0 min.
 Statischer Flaschendruck.: 3.5psi Helium
 Flaschendruck.: 8psi Helium
 VIPR: 5psi Helium
 Interface: Senkrecht durch den Injektor, Split 1:20

GC Bedingungen

Säule 1: Stabilwax®, 15m x 0.25mm Id x 0.5µm (Kat.Nr. 10635)
 Säule 2: Rtx®-200, 30m x 0.25mm Id x 1.0µm (Kat.Nr. 15053)
 Probe: 200ppm pro Verbindung in 1,3-Dimethyl-2-imidazolidinone (DMI)
 Instrument: Agilent 6890
 Injektor: 250°C
 Trägergas: Helium (fluss geregelt)
 Flussrate: 1.9ml/min., 25.6psi bei 40°C
 Ofen: 40°C (hold 2 min.) auf 55°C mit 4°C/min., auf 110°C mit 25°C/min. (hold 2 min.) auf 250°C mit 25°C/min. (hold 5 min.)
 Detektor: FID #1 an der Säulenkopplung, FID #2 am Ende der zweiten Säule (gleiche Einstellungen)
 Detektor: 250°C
 Brenngas: 40ml/min Wasserstoff
 Luft: 400ml/min
 Makeup: 40ml/min Helium
 Sample Rate: 100Hz

Stop-Flow Bedingungen

Instrument: Restek Stop-Flow System für Agilent 6890 GC mit Cool On-Column EPC (Kat.Nr. 21168)
 Injektor Verbindung: Cool On-Column Injektor
 Druck: 31.0psi (druck geregelt)
 Impulszeiten: 3.00 - 3.15 min, 4.65 - 5.02 min, 5.10 - 5.40 min
 Analysenzeit: 20.55 min

Verbesserte Bestimmung von Kohlenwasserstoffen

Auf einer Rtx®-1PONA GC Kapillarsäule

- Die Säule erfüllt oder übertrifft die Anforderungen der ASTM D-6730-01 und der Canadian General Standards Board Methode
- 30% schnellere Analyse mit Helium als Trägergas (Retention C13 = 97 Minuten)
- Exzellente Responsfaktoren und Peaksymmetrien für polare Verbindungen
- Garantierte Reproduzierbarkeit von Säule zu Säule bezüglich Retention, Effizienz, Selektivität, Peaksymmetrie, Auflösung und Säulenbluten

Benzine sind komplexe Mischungen von hunderten von Komponenten. Informationen über den Gehalt der einzelnen Komponenten sind wichtig für die Auswahl des Rohmaterials und die Kontrolle der Raffinerieprozesse. Eine hochauflösende GC Methode für die detaillierte Kohlenwasserstoff Bestimmung von Benzin ist in der ASTM Methode D-6730-01 beschrieben (American Society of Testing and Materials), oft bezeichnet als PONA (Paraffine, Olefine, Naphthene, Aromaten) oder PIANO (Paraffine, Isoparaffine, Aromaten, Naphtene, Olefine) Bestimmung.* ASTM D-6730-01 ist speziell für die Analyse dieser Kohlenwasserstoffe, sowie der sauerstoffhaltigen Additive für Otto-Motoren wie Methanol, Ethanol, tert-Butanol, Methyl-tert-butylether (MTBE) und tert-Amylmethyl-ether (TAME).

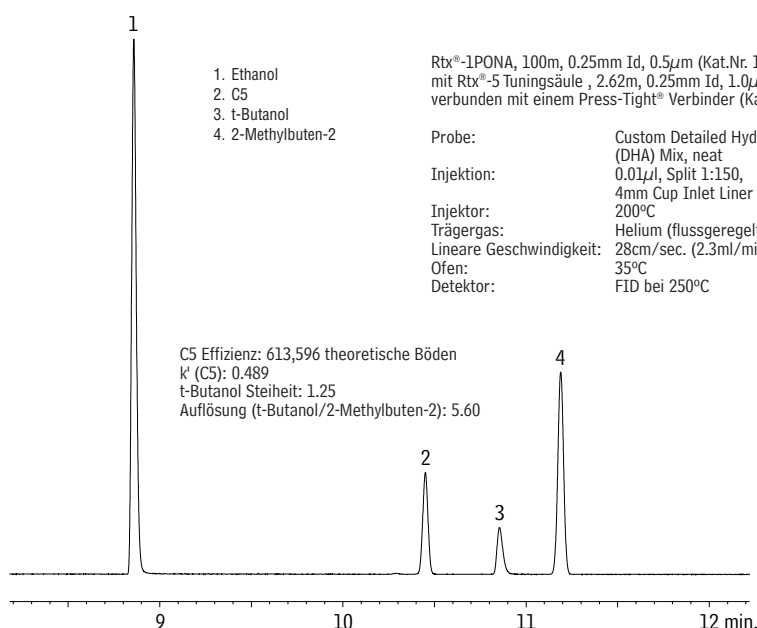
Um die Auflösung dieser komplexen Mischungen zu maximieren, empfiehlt die ASTM Methode eine 100 Meter x 0.25mm Id Kapillarsäule mit einem 0,5µm Film von 100% Dimethylpolysiloxan und schreibt für einige Paare von eng aneinander liegenden Substanzen eine minimale Auflösung vor. Um die Aromaten zurückzuhalten

und die Trennung zu vervollständigen wird eine kurze, ungefähr 2 bis 3m lange Tuningsäule, beschichtet mit einem 5% Diphenyl- / 95% Dimethylpolysiloxan, an den Einlass der 100m langen analytische Säule gekoppelt. Durch eine Serie von Versuchen wird die optimale Länge der Tuningsäule ermittelt, bei der die Auflösung für alle kritischen Peakpaare gewährleistet ist.

Analytische Säulen für diese Applikation müssen über höchste Effizienz und Inertheit verfügen, speziell für die polaren Komponenten im Benzin. Abbildung 1 zeigt eine Säule mit 613'596 theoretischen Böden (gemessen am C5). Sie zeigt eine exzellente Peaksymmetrie für die polaren Additive (einschließlich Ethanol und t-Butanol). Jede Rtx®-1PONA Säule wird auf Retention (k), Effizienz (n), Selektivität der stationären Phase (RI) und Säulenbluten getestet um reproduzierbare Ergebnisse von Säule zu Säule garantieren zu können.

Die Rtx®-1PONA Säule erfüllt alle ASTM D-6730-01 Anforderungen bezüglich der Trennung von kritischen Substanzpaaren, wie in Abbildung 2 gezeigt wird. Eine 2.6 Meter lange Tuningsäule

Abbildung 1 Scharfe, symmetrische Peaks für Ethanol auf einer Rtx®-1PONA Säule.



*Terminologie: Paraffine & Isoparaffine = Alkane; Naphthene = Cycloalkane; Olefine = Alkene.

wurde benötigt um die gezeigten Trennungen zu erreichen (z.B. Auflösung für 1-Methylcyclopentan / Benzol = 1.28.).

Neben der ASTM D-6730-01 Analyse erfüllt die Rtx®-1PONA gleichzeitig die strengen Anforderungen des Canadian General Standards Board (CGSB). Zusätzliche detaillierte Chromatogramme zur Kohlenwasserstoffanalytik und weitere Informationen zu diesen hochauflösenden Säulen finden Sie in unserer Applications Note 59568 oder auf unsere Website. Auf Anfrage senden wir Ihnen gerne ein Exemplar der Applications Note zu.

Rtx®-1 PONA Säule (Fused Silica)

(Crossbond® 100% Dimethylpolysiloxan Phase optimiert für die Kohlenwasserstoffanalyse) (Temperaturbereich.: -60 to 300/340°C)
100m, 0.25mm Id, 0.50µm Film, Kat.Nr. 10195

Rtx®-5 PONA Tuning Säule

(Crossbond® 5% Diphenyl-/95% dimethylpolysiloxan Phase)
5m, 0.25mm Id, 1.0µm Film, Kat.Nr. 554206

Press-Tight® Verbinder

- Aus inertem Fused Silica.
- Passend für Säulendurchmesser (Ad) von 0.33–0.74mm (Restek 0.1mm–0.53mm Id).
- Der gewinkelte Verbinder reduziert die Spannung auf der Verbindung.



Beschreibung	VE 5
Universeller Press-Tight® Verbinder	20400
Siltek™ behandelte, universeller Press-Tight® Verbinder	20480
Universeller, gewinkelter Press-Tight® Verbinder	20446
Siltek™ behandelte, universeller, gewinkelter Press-Tight® Verbinder	20482

Vu2 Union™ Verbinder

Der Vu2 Union™ Verbinder kombiniert die Einfachheit des Press-Tight® Verbinders mit der Stabilität eines Metallverbinders. Die Säulen können sich nicht unerwartet lösen, selbst bei Temperaturen um 400°C.

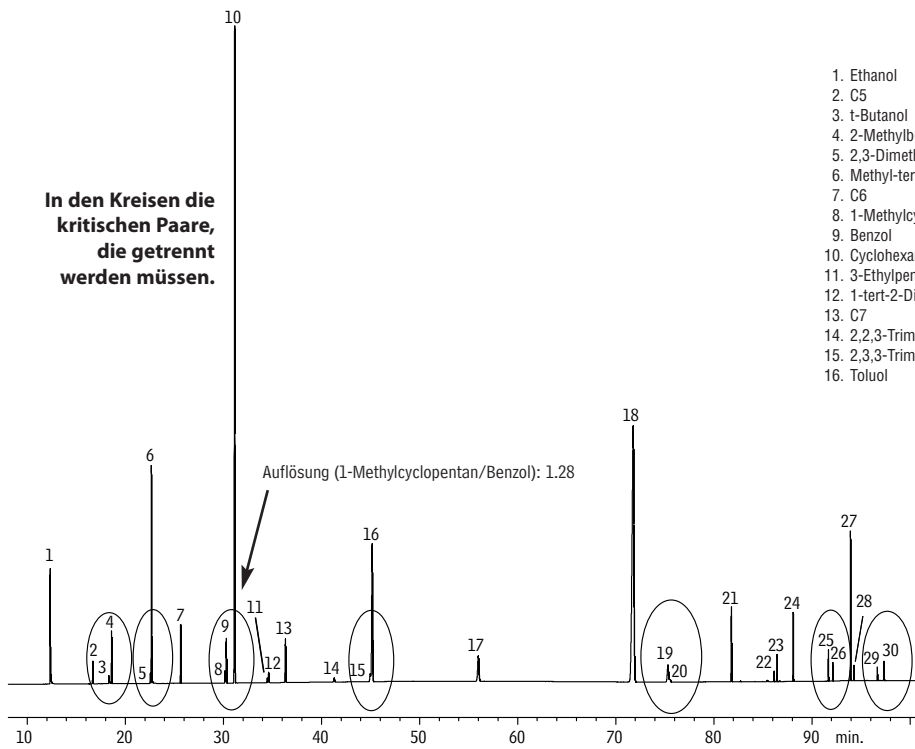


Sichere und zuverlässige Verbindung von Säule zu Säule

Kit beinhaltet: Vu2 Union™ Halter, 2 Rändelschrauben, 2 Press-Tight® Verbinder und 4 Dichtungen.

Verbinder Kit (Dichtungen passend zu Restek Säulen Id)	Kat.Nr.
Vu2 Union™ Verbinder Kit (0.15–0.25mm)	21105
Vu2 Union™ Verbinder Kit (0.28/0.32mm)	21106
Vu2 Union™ Verbinder Kit (0.45/0.50 & 0.53mm)	21107

Abbildung 2 Kritische Paare von Benzinkomponenten getrennt nach ASTM Spezifikationen auf einer Rtx®-1PONA Säule.



In den Kreisen die kritischen Paare, die getrennt werden müssen.

- | | |
|----------------------------------|-------------------------------|
| 1. Ethanol | 17. C8 |
| 2. C5 | 18. Ethylbenzol |
| 3. t-Butanol | 19. p-Xylol |
| 4. 2-Methylbuten-2 | 20. 2,3-Dimethylheptan |
| 5. 2,3-Dimethylbutan | 21. C9 |
| 6. Methyl-tert-butylether (MTBE) | 22. 5-Methylnonan |
| 7. C6 | 23. 1,2-Methylethylbenzol |
| 8. 1-Methylcyclopentan | 24. C10 |
| 9. Benzol | 25. C11 (Undecan) |
| 10. Cyclohexan | 26. 1,2,3,5-Tetramethylbenzol |
| 11. 3-Ethylpentan | 27. Naphthalin |
| 12. 1-tert-2-Dimethylcyclopentan | 28. C12 (Dodecan) |
| 13. C7 | 29. 1-Methylnaphthalin |
| 14. 2,2,3-Trimethylpentan | 30. C13 (Tridecan) |
| 15. 2,3,3-Trimethylpentan | |
| 16. Toluol | |

Rtx®-1PONA, 100m, 0.25mm Id, 0.5µm (Kat.Nr. 10195)
 mit Rtx®-5 Tuningsäule, 2.62m, 0.25mm Id, 1.0µm,
 gekoppelt mit Press-Tight® Verbinder (Kat.Nr. 20446)
 Probe: Custom Detailed Hydrocarbons Analysis
 (DHA) Mix, neat
 Injektion: 0.01µL, Split 1:150, 4mm Cup Inlet Liner
 (Kat.Nr. 20709)
 200°C
 Injektor:
 Trägergas: Helium (flussgeregelt)
 Lineare Geschwindigkeit: 28cm/sec. (2.3mL/min.)
 Ofen: 5°C (hold 15 min.) to 50°C mit 5°C/min.
 (hold 50 min.) to 200°C mit 8°C/min.
 (hold 10 min.)
 Detektor: FID bei 250°C

Methode der europäischen Pharmakopöe (Fortsetzung von Seite 6)

Die Methode zur Bestimmung von Restlösungsmitteln in Arzneimitteln wurde geändert. Dies betrifft vor allem Produkte, die in Europa verkauft werden. Die International Conference on Harmonization (ICH) Richtlinien für Restlösungsmittel werden zum internationalen Standard und jedes Jahr von immer mehr Arzneibüchern übernommen, darunter auch die United States Pharmacopoeia (USP). Die ICH Methode und Stoffliste ist weit ausführlicher als frühere Methoden und stellt neue Herausforderungen. Verbindungen der Klasse I sind Lösungsmittel mit der höchsten Gefährdung, die in der pharmazeutischen Produktion vermieden werden sollten. Die Verwendung von Substanzen der Klasse II ist limitiert, da ein gewisses Gesundheitsrisiko vorhanden ist. Die Verbindungen der Klasse III besitzen die geringste Toxizität und können in der pharmazeutischen Produktion eingesetzt werden.

Restek bietet eine Rtx®-1301 (Kat.Nr. 16085) und eine Stabilwax® (Kat.Nr. 10640) Kapillarsäule sowie Referenzlösungen, um diese neuen Vorschriften zu erfüllen. Für weitere Informationen verlangen Sie bitte unseren Prospekt „European Pharmacopoeia Analysis of Residual Solvents“ (Lit.Nr. 59107).

European Pharmacopoeia/ICH Class I Mix (überarbeitet)

Benzol	2µg/mL
Tetrachlorkohlenstoff	4
1,2-Dichlorethan	5
1,1-Dichlorethylen	8
1,1,1-Trichlorethan	10

Stück

In Wasser: Dimethylsulfoxid (90:10), 1ml/Ampulle
36261

European Pharmacopoeia/ICH Class I Mix

Benzol	2µg/mL
Tetrachlorkohlenstoff	4
1,2-Dichlorethan	5
1,1-Dichlorethylen	8
1,1,1-Trichlorethan	1500

Stück

In Wasser: Dimethylsulfoxid (90:10), 1ml/Ampulle
36228

Restek Referenzmaterialien entsprechen den erlaubten täglichen Expositionswerten.

European Pharmacopoeia/ICH Class 2 Mix A (13 Komponenten)

Chlorbenzol	360µg/mL
Cyclohexan	3,880
cis-1,2-Dichlorethylen	1,870
Dichlormethan	600
N,N-Dimethylformamid	880
Ethylbenzol	369
Hexan	290
Methylcyclohexan	1,180
Toluol	890
1,1,2-Trichlorethylen	80
m-Xylol	1,302
o-Xylol	195
p-Xylol	304

Stück

In Dimethylsulfoxid, 1ml/Ampulle
36229

European Pharmacopoeia/ICH Class 2 Mix B (10 Komponenten)

Acetonitril	410µg/mL
Chloroform	60
1,2-Dimethoxyethan	100
N,N-Dimethylacetamid	1,090
1,4-Dioxane	380
2-Hexanon	50
Methanol	3,000
Nitromethan	50
Pyridin	200
1,2,3,4-Tetrahydronaphthalen (Tetralin)	100

Stück

In Wasser: Dimethylsulfoxid (90:10), 1ml/Ampulle
36230

European Pharmacopoeia/ICH Class 2 Mix C

2-Ethoxyethanol	160µg/mL
Ethylenglycol	620
Formamid	220
2-Methoxyethanol	50
N-Methylpyrrolidon	4,840
Sulfolan	160

Stück

In Wasser, 1ml/Ampulle
36231

Gratis Datenpakete

Restek bietet jetzt Datenpakete für analytisches Referenzmaterial an. Diese können Sie kostenlos von unserer Webseite www.restek.com/datapacks herunterladen. Geben Sie einfach die Bestellnummer und Seriennummer des bestellten Produkts ein und Sie erhalten eine PDF Datei zum Ausdrucken.

Schnellere GC/MS Analyse von flüchtigen organischen Stoffen in Wasser mit einfacher Kalibrierung

Mit einem neuen Restek Calibration Mix und einer Rtx[®]-VMS Säule

- 60-Komponenten MegaMix[™] mit 6 Hilfgasen – eliminiert Mischfehler.
- 0.18mm Rtx[®]-VMS Säule erlaubt schnelle Programmzyklen und eine hervorragende Trennung der Gase.
- Überwachung von Trinkwasser, Abwasser und Sondermüll.

Umweltverschmutzungen werden häufig durch flüchtige organische Stoffe (VOA's) verursacht, deren Analyse oft aufwendig und teuer ist. Der Nachweis und die Quantifizierung der VOA's in Trinkwasser sind Gegenstand der EPA Methoden 502 und 524.

Bislang hat Restek zwei komplexe Kalibriermischungen für die Trinkwasser Analyse der VOA's angeboten. Eine Mischung aus 54 Verbindungen (502.2 MegaMix[™], Kat.Nr. 30432) sowie einer aus 73 Verbindungen (Trinkwasser VOA MegaMix[™] 524.2 Rev. 4.2, Kat.Nr. 30601). Einige Verbindungen der EPA Methoden haben wir diesen Mischungen nicht zugefügt. Dies sind die leichtflüchtigen Gase sowie, für Methode 524.2, die reaktiven Ketone. Um die Bildung von Acetalen zu vermeiden, bieten wir eine separate Mischung aus fünf Ketonen (Kat.Nr. 30602) an. Ebenso erhältlich ist eine spezielle Mischung aus sechs Gasen, die 502.2-Kalibrationsmischung #1 (Kat.Nr. 30042 oder 30439). Analytiker die die VOA's bestimmen möchten, mischen diese Mischungen mit dem 54 oder 73 Komponenten Mix. Das kostet jedoch Zeit und ist eine weitere Fehlerquelle.

Zur Erleichterung der Arbeit unserer Kunden haben wir eine neue 60 Komponenten Mischung (Volatiles MegaMix[™] with Gases, Kat.Nr. 30603) zusammengestellt, welche die 54 Verbindungen aus dem 502.2 MegaMix[™] enthält, plus die sechs Gase der 502.2-Kalibrationsmischung Nr.1. Die Konzentration pro Komponente ist jeweils 200 ppm in P&T Methanol. Sie ist auf die EPA Methode 502 und 524 zugeschnitten, kann aber natürlich auch für jede andere Methode gebraucht werden, die der Bestimmung dieser Substanzen dient.

Der Gebrauch der 60-Komponenten Mischung ist sehr angenehm, da Fehler beim Abmessen und Mischen der verschiedenen Ampullen vermieden werden. Eine ungeöffnete Ampulle hat eine Haltbarkeit von 24 Monaten. Ist die Ampulle einmal geöffnet, beginnen die Gase aus der Lösung zu verdampfen. Geöffnete Ampullen dieser Mischung sollten daher häufiger ersetzt werden, als diejenige der 54 Komponenten Mischung (das gilt natürlich auch für die 60 Komponenten Mischung der Gase). Wir empfehlen alle Lösungen der VOA's im Kühlschrank aufzubewahren.

Chemiker die VOA's in Wasser bestimmen, wollen schnelle und genaue Resultate. Kapillarsäulen mit stationären Phasen aus Cyanopropylphenyl/dimethylpolysiloxan (z.B. eine "624" Säule) oder Diphenyl/dimethylpolysiloxanphasen (z.B. eine "502.2" Säule) ermöglichen eine schnelle Analyse. Jedoch lassen sich Überlagerungen einiger Substanzen nicht vermeiden, was dann bei der Auswertung stört. Im Gegensatz dazu sind Rtx[®]-VMS Säulen speziell für die Analyse von flüchtigen organischen Stoffen mit GC/MS entwickelt worden. Analysen auf einer 20m x 0.18mm Id, 1.0µm

Rtx[®]-VMS Säulen (Fused Silica)

(max. Temperatur -40°C to 240/260°C)

0.18mm Id, 1.00µm fd

20 Meter, Kat.Nr. 49914

40 Meter Kat.Nr. 49915



Volatiles MegaMix[™] mit Gasen (60 Verbindungen)

Benzol	2,2-Dichlorpropan
Brombenzol	1,1-Dichlorpropan
Bromchloromethan	trans-1,3-Dichlorpropan
Bromdichlormethan	cis-1,3-Dichlorpropylen
Bromoform	Ethylbenzene
Brommethan	Hexachlor-1,3-butadien (Hexachlorbutadien)
n-Butylbenzol	Isopropylbenzol (cumol)
sec-Butylbenzol	4-Isopropyltoluol (p-cymol)
tert-Butylbenzol	Methylenchlorid (Dichlormethan)
Tetrachlorkohlenstoff	Naphthalin
Chlorbenzol	n-Propylbenzol
Chlorethan	Styrol
Chloroform	Toluol
Chlormethan	1,1,1,2-Tetrachlorethan
2-Chlortoluol	1,1,2,2-Tetrachlorethan
4-Chlortoluol	Tetrachlorethylen
Dibromchloromethan	1,2,4-Trichlorbenzol
1,2-Dibrom-3-chlorpropan	1,2,3-Trichlorbenzol
1,2-Dibrommethan (EDB)	1,1,1-Trichlorethan
Dibrommethan	1,1,2-Trichlorethan
1,2-Dichlorbenzol	Trichlorethylen
1,3-Dichlorbenzol	Trichlorfluormethan (Freon-11)
1,4-Dichlorbenzol	1,2,3-Trichlorpropan
Dichlordifluormethan (Freon-12)	1,3,5-Trimethylbenzol
1,1-Dichlorethan	1,2,4-Trimethylbenzol
1,2-Dichlorethan	Vinylchlorid
1,1-Dichlorethylen	m-Xylol
cis-1,2-Dichlorethylen	o-Xylol
trans-1,2-Dichlorethylen	p-Xylol
1,2-Dichlorpropan	
1,3-Dichlorpropan	

Stück

200µg/ml pro Verbindung in P&T Methanol, 1ml/Ampulle
30603

Rtx[®]-VMS Säule (Kat.Nr. 49914), bei einer Starttemperatur von 45°C, ergeben eine gute Trennung der früh eluierenden Gase und schnelle Programmzyklen. Unter optimalen analytischen Bedingungen und der Verwendung eines 'Dual Purge and Trap' Systems, wie in Referenz 1, Abbildung 47 beschrieben, können die engen Säulen die Analysenzeit auf etwa 10 Minuten verkürzen, ohne dabei Trennleistung zu verlieren.

Falls Sie flüchtige organische Stoffe in Trinkwasser, Abwasser oder Sondermüll messen, wird Ihnen die Rtx[®]-VMS Säule und der 60-Komponenten Mix gute Dienste leisten.

Referenz

1., „Optimizing the Analysis of Volatile Organic Compounds Restek technical guide“, Lit.Nr. 59887A, kostenlos auf Anfrage oder als Download auf unserer Website.



502.2 MegaMix[™] (54 Verbindungen)

Benzol	1,1-Dichlorpropan
Brombenzol	cis-1,3-Dichlorpropan
Bromchloromethan	trans-1,3-Dichlorpropen
Bromdichlormethan	Ethylbenzol
Bromoform	Hexachlorbutadien
n-Butylbenzol	Isopropylbenzol
sec-Butylbenzol	p-Isopropyltoluol
tert-Butylbenzol	Methylenchlorid
Tetrachlorkohlenstoff	Naphthalin
Chlorbenzol	n-Propylbenzol
Chloroform	Styrol
2-Chlortoluol	1,1,1,2-Tetrachlorethan
4-Chlortoluol	1,1,2,2-Tetrachlorethan
Dibromchloromethan	Tetrachlorethan
1,2-Dibrom-3-chlorpropan	Toluol
1,2-Dibrommethan	1,2,3-Trichlorbenzol
Dibrommethan	1,2,4-Trichlorbenzol
1,2-Dichlorbenzol	1,1,1-Trichlorethan
1,3-Dichlorbenzol	1,1,2-Trichlorethan
1,4-Dichlorbenzol	Trichlorethan
1,2-Dichlorethan	1,2,3-Trichlorpropan
1,1-Dichlorethylen	1,2,4-Trimethylbenzol
cis-1,2-Dichlorethylen	1,3,5-Trimethylbenzol
trans-1,2-Dichlorethylen	m-Xylol
1,2-Dichlorpropan	o-Xylol
1,3-Dichlorpropan	p-Xylol

Stück

200µg/ml pro Verbindung in P&T Methanol, 1ml/Ampulle
30432

2000µg/ml pro Verbindung in P&T Methanol, 1ml/Ampulle
30431

502.2 Kalibrations Mix Nr.1 (Gase)

Brommethan	Dichlordifluormethan
Chlorethan	Trichlorfluormethan
Chlormethan	Vinylchlorid

Stück

200µg/ml pro Verbindung in P&T Methanol, 1ml/Ampulle
30439

2000µg/ml pro Verbindung in P&T Methanol, 1ml/Ampulle
30042

Gratis Datenpakete

Restek bietet jetzt Datenpakete für analytisches Referenzmaterial an. Diese können Sie kostenlos von unserer Webseite www.restek.com/datapacks herunterladen. Geben Sie einfach die Bestellnummer und Seriennummer des bestellten Produkts ein und Sie erhalten eine PDF Datei zum Ausdrucken.

Zusätzliche Referenzmaterialien für die GC/MS Analytik von flüchtigen organischen Stoffen in Wasser

Trinkwasser VOA MegaMix™, 524.2 Rev. 4.1 (73 Verbindungen)

Acrylonitril	Diethylether
Allylchlorid	Ethylbenzene
Benzol	Ethyl methacrylat
Brombenzol	Hexachlorobutadien
Bromchloromethan	Hexachloroethan
Bromdichloromethan	Iodomethan (Methyljodid)
Bromoform	Isopropylbenzol (Cumol)
n-Butylbenzol	4-Isopropyltoluol (p-Cymol)
sec-Butylbenzol	Methacrylonitril
tert-Butylbenzol	Methylacrylat
Kohlenstoffdisulfid	Methylenchlorid
Tetrachlorkohlenstoff	(Dichlormethan)
Chloroacetonitril	Methyl methacrylat
Chlorbenzol	Methyl tert-butylether
1-Chlorbutan	(MTBE)
Chlordibrommethan	Naphthalin
Chloroform	Nitrobenzol
2-Chlortoluol	2-Nitropropan
4-Chlortoluol	Pentachlorethan
1,2-Dibrom-3-chlorpropan	Propionitril (Ethylcyanid)
(DBCP)	n-Propylbenzol
1,2-Dibromethan	Styrol
(Ethylenedibromid)	1,1,1,2-Tetrachlorethan
Dibrommethan	1,1,2,2-Tetrachlorethan
1,2-Dichlorbenzol	Tetrachlorethan
1,3-Dichlorbenzol	Tetrahydrofuran
1,4-Dichlorbenzol	1,2,3-Trichlorbenzol
trans-1,4-Dichlor-2-buten	1,2,4-Trichlorbenzol
1,1-Dichlorethan	1,1,1-Trichlorethan
1,2-Dichlorethan	1,1,2-Trichlorethan
1,1-Dichlorethen	Trichlorethen
cis-1,2-Dichloroethen	1,2,3-Trichlorpropan
trans-1,2-Dichloroethen	1,2,4-Trimethylbenzol
1,2-Dichloropropan	1,3,5-Trimethylbenzol
1,3-Dichloropropan	Toluol
2,2-Dichloropropan	m-Xylol
1,1-Dichlorpropen	o-Xylol
cis-1,3-Dichlorpropen	p-Xylol
trans-1,3-Dichlorpropen	

Stück	VE 5	VE 10
2000µg/ml pro Verbindung in P&T Methanol, 1ml/Ampulle		
30601	30601-510	—
	mit Datenpaket	
30601-500	30601-520	30701

Keton Mix, 524.2 Rev. 4.1

Acelon	2-Hexanon
2-Butanon (MEK)	4-Methyl-2-pentanon (MIBK)
1,1-Dichlor-2-propanon	

Stück	VE 5	VE 10
5,000µg/ml pro Verbindung in 90% P&T Methanol:10% Wasser, 1ml/Ampulle		
30602	30602-510	—
	mit Datenpaket	
30602-500	30602-520	30702

Antischaummittel für Purge & Trap Proben

- Effiziente Kontrolle der Schaumbildung über einen großen pH-Bereich.
- Bereits wirksam unter 0.1% vom Probenvolumen.
- Keine störenden Effekte für die Chromatographie.

Schaum der entsteht, wenn Gas durch die Probe geblasen wird, kann in den analytischen Trap und eventuell in die GC-Säule gelangen. Unser nicht giftiges Siliziumhaltiges Antischaummittel ist eine große Hilfe bei der Analyse von leichtflüchtigen Stoffen.

Stück	VE 5
Unverdünn, 1ml/Ampulle	
31822	31822-510

Neue Auswahl aus dem Restek Bücherregal

Weitere Bücher sind erhältlich – konsultieren Sie unseren Katalog oder unsere Website.

Chiral Separations by Liquid Chromatography and Related Technologies
Types, structures, and properties of chiral stationary phases and their preparation, application, and future. Technologies include sub- and super-critical fluid chromatography, capillary electrochromatography, and thin layer chromatography.
H.Y. Aboul-Enein and I. Ali, Marcel Dekker, Inc., 2003, 400pp., ISBN 0-8247-4014-9
Kat.Nr. 21449 (Stk.)



Current Practice of Gas Chromatography-Mass Spectrometry
Principles, instrumentation, and a wide range of applications. 40 contributors, worldwide; more than 1200 references, equations, tables, and graphics. A superb reference for operators, managers, and students.
W.M.A. Niessen, Marcel Dekker, Inc., 2001, 528pp., ISBN 0-8247-0473-8
Kat.Nr. 21489 (Stk.)



Handbook of GC/MS. Fundamentals and Applications
Sample preparation through data evaluation, including MS library searches and a substance index. Applications include environmental, food, pharmaceutical, and clinical analysis.
Hans-Joachim Hübschmann, Wiley-VCH, 2001, 608pp., ISBN 3-527-30170-4
Kat.Nr. 21490 (Stk.)



Handbook of Size Exclusion Chromatography and Related Techniques. 2nd Ed.
High-speed SEC, SEC of low molecular weight materials, and the extended family of techniques from two-dimensional liquid chromatography to high osmotic pressure chromatography.
C. Wu, Marcel Dekker, Inc., 2003, 716pp., ISBN 0-8247-4710-0
Kat.Nr. 21448 (Stk.)



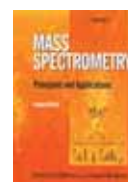
The HPLC Solvent Guide. 2nd Ed.
Even experienced analysts tend to select from three familiar solvents. This guide describes many solvents suitable for HPLC separations.
P.C. Sadek, John Wiley & Sons, Inc., 2002, 664pp., ISBN 0-471-41138-8
Kat.Nr. 21979 (Stk.)



Ion Chromatography. 3rd Ed.
Materials, principles, and methods, including capillary electrophoresis and chemical speciation. Excellent introduction for novices or guide for experienced analysts.
J.S. Fritz and D.T. Gjerde, Wiley-VCH, 2000, 267pp., ISBN 3-527-29914-9
Kat.Nr. 21789 (Stk.)



Mass Spectrometry. Principles and Applications. 2nd Ed.
Principles, theories, and key applications, focused on recent developments. Expanded coverage of ESI and MALDI, and of biological and pharmaceutical applications. For students, and for researchers reviewing the latest techniques and developments.
E. de Hoffmann and V. Stroobant, John Wiley & Sons, Inc., 2001, 420pp., ISBN 0-471-48566-7
Kat.Nr. 21978 (Stk.)



Liquid Chromatography-Mass Spectrometry: An Introduction (softcover)
An indispensable reference for anyone wishing to use this increasingly important tandem technique.
R.E. Ardrey, John Wiley & Sons Ltd., 2003, 296pp., ISBN 0-471-49801-7
Kat.Nr. 20176 (Stk.)



Neue Referenzmaterialien für die Umweltanalytik



EPA Methode 8270 Mischung in 100% Methylenchlorid

- Bessere Peakformen der früh eluierenden, mittelflüchtigen Stoffe im Vergleich zum Methylenchlorid/Benzol Lösungsmittelgemisch.
- Methanolfreies Methylenchlorid verbessert die Stabilität.
- Kalibrier Mix und Matrix Spike Mix.

neu! ★

Die meisten Referenz Lösungen für die EPA Methode 8270 werden aus einem Lösungsmittelgemisch von Methylenchlorid und Benzol gemacht. Der Hauptgrund Benzol zu verwenden ist der Glaube, dass die Polyaromatischen Kohlenwasserstoffe in reinem Methylenchlorid zu wenig löslich wären. Benzol kann jedoch zu Peakverbreiterungen und damit verbunden zu schlechteren Empfindlichkeiten der früheluierenden Verbindungen wie z.B. Pyridin, N-Methylnitrosamin, N-Methylethylnitrosamin, 1,4-Dioxan und 2-Picolin führen. Restek Chemiker haben die Löslichkeit der Polyaromatischen Kohlenwasserstoffe studiert und eine Methode gefunden Benzol als Lösungsmittel im 8270 MegaMix™ Kalibrationsmix (Kat.Nr. 31850)

auszuschließen. Methanolfreies Methylenchlorid alleine ist ein sehr effektives Lösungsmittel für diese Stoffe und verbessert die Haltbarkeit. Der neue 8270 MegaMix™ in Methylenchlorid dient als Ersatz für ältere Referenzlösungen und ermöglicht eine bessere Chromatographie.

Analog bieten wir einen neuen 8270 Matrix Spike Mix (Kat.Nr. 31851), einen 8270 Benzidin Mix (Kat.Nr. 31852) sowie 1,4-Dioxan (Kat.Nr. 31853) in 100% Methylenchlorid. Entsprechende Lösungen in Methanol/Methylenchlorid/Benzol (Kat.Nr. 31687) oder in Methanol (Kat.Nr. 31688, 30287) sind erhältlich.

EPA Methode 524 Surrogat Standard

- Separate Lösungen für Surrogat (Modells substanz) und interner Standard.
- Bestätigungslösung vereint Surrogat Standard und interner Standard.
- Kalibrationsmischungen und alle anderen Qualitätskontrollmischungen sind erhältlich.

neu! ★

Die EPA Methode 524 verlangt einen Surrogat Standard, einen internen Standard und das Surrogat kombiniert mit dem internen Standard als Bestätigungslösung. Verfügbar waren bereits die Bestätigungslösung (Kat.Nr. 30201) und der interne Standard (Kat.Nr. 30030). Neu bieten wir auch den Surrogat Standard an, den Sie vor der Extraktion der Probe zusetzen um die Methode zu überprüfen. Zusammen mit dem Trinkwasser VOA MegaMix™ 524.2 Rev. 4.2 Kalibrier Mix (Kat.Nr. 30601, siehe Seite 11), dem Keton Mix 524.2 Rev. 4.2 (Kat.Nr. 30602, siehe Seite 11) sowie den zusätzlichen Kalibrier- und

Qualitätskontrollmischungen aus unserem Katalog, können wir Ihnen ein vollständiges Set von Referenzmaterialien zu EPA Methode 524 anbieten.

524.2 Surrogat Standard

1-Brom-4-fluorbenzol 1,2-Dichlorbenzol-d4

Stück

jeweils 2,000µg/ml in P&T Methanol, 1ml/Ampulle
30607

Trinkwasser Geruch- Standard

- Neue Referenzmischung der zwei häufigsten Geruch verursachenden Verbindungen.
- Konzentration für ‚Purge and Trap‘ Analysen: 100µg/ml in Methanol.

neu! ★

Unangenehme Gerüche im Trinkwasser hängen meist mit dem Wachstum und der Verwesung von Mikroorganismen zusammen. Die vier Hauptverursacher sind blaugüne Algen, Grünalgen, Kieselalgen und Geißeltierchen. Geosmin, produziert von der blaugrünen Alge hat einen erdigen, moderigen Geruch. Actinomyces eine in Oberflächenwasser lebende Schimmelpilzähnliche Bakterie, produziert eine andere Geruchskomponente: 2-Methylisoborneol.

Die Geruchsschwelle für diese Verbindungen sind sehr tief - etwa 10ppt. Üblicherweise werden die Proben mit der ‚Purge and Trap‘ Technik analysiert. Restek Chemiker haben nun einen neuen Referenz Mix entwickelt, der die Überwachung der Trinkwasserqualität vereinfacht.

Trinkwasser Geruch-Standard

(+/-)-Geosmin 2-Methylisoborneol

Stück

jeweils 100µg/ml in P&T Methanol, 1ml/Ampulle
30608

Suchen Sie die perfekte Lösung?

Restek kann Ihnen – nach Ihren Spezifikationen – die perfekte Referenzlösung herstellen. Kontaktieren Sie unseren technischen Service, Ihren Restek Händler oder besuchen Sie uns online unter www.restek.com/solutions

8270 MegaMix™ (76 Verbindungen)

Acenaphthen	2,4-Dinitrophenol
Acenaphthylen	2,4-Dinitrotoluol
Anilin	2,6-Dinitrotoluol
Anthracen	Di-n-butyl phthalat
Azobenzol ¹	Di-n-octyl phthalat
Benzol(a)anthracen	Diphenylamin ²
Benzol(a)pyren	Fluoren
Benzol(b)fluoranthren	Fluoranthren
Benzol(ghi)perylen	Hexachlorbenzol
Benzol(k)fluoranthren	Hexachlorbutadien
Benzylalkohol	Hexachlorcyclopentadien
Benzyl butyl phthalat	Hexachlorethan
Bis 2-ethylhexyl adipat	Indeno(1,2,3-cd)pyren
Bis(2-chlorethoxy)methan	Isophoron
Bis(2-chlorethyl)ether	1-Methylnaphthalin
Bis(2-chlorisopropyl)ether	2-Methylnaphthalin
Bis(2-ethylhexyl)phthalat	2-Methylphenol
4-Bromphenyl phenylether	3-Methylphenol*
Carbazol	4-Methylphenol*
4-Chloroanilin	Naphthalin
4-Chlor-3-methylphenol	2-Nitroanilin
2-Chloronaphthalen	3-Nitroanilin
2-Chlorophenol	4-Nitroanilin
4-Chlorophenyl phenyl ether	Nitrobenzol
Chrysene	2-Nitrophenol
Dibenzo(a,h)anthracen	4-Nitrophenol
Dibenzofuran	N-Dimethylnitrosamin
1,2-Dichlorbenzol	N-Dipropylnitrosamin
1,3-Dichlorbenzol	Pentachlorphenol
1,4-Dichlorbenzol	Phenanthren
2,4-Dichlorphenol	Phenol
Diethyl phthalat	Pyren
Dimethyl phthalat	Pyridin
2,4-Dimethylphenol	2,3,4,6-Tetrachlorphenol
1,2-Dinitrobenzol	2,3,5,6-Tetrachlorphenol
1,3-Dinitrobenzol	1,2,4-Trichlorbenzol
1,4-Dinitrobenzol	2,4,5-Trichlorphenol
4,6-Dinitro-2-methylphenol	2,4,6-Trichlorphenol

Stück

jeweils 1,000µg/ml in Methylenchlorid, 1ml/Ampulle*
31850

*3-Methylphenol und 4-Methylphenol je 500µg/ml.
¹1,2-Diphenylhydrazin (8270-Analyt) zersetzt sich zu Azobenzol (Verbindung im Mix).
²N-Diphenylnitrosamin (8270-Analyt) zersetzt sich zu Diphenylamin (Verbindung im Mix).

8270 Matrix Spike Mix (76 Verbindungen)

Gleiche Verbindungen wie im 8270 MegaMix™, aber weniger konzentriert zum „Spiken“

Stück

jeweils 200µg/ml in Methylenchlorid, 5ml/Ampulle*
31851

*3-Methylphenol und 4-Methylphenol je 100µg/ml.

8270 Benzidin Mix

Benzidin 3,3'-Dimethylbenzidin

Stück

2,000µg/ml in Methylenchlorid, 1ml/Ampulle
31852

1,4-Dioxan

Stück

2,000µg/ml in Methylenchlorid, 1ml/Ampulle
31853

Gratis Datenpakete

Restek bietet jetzt Datenpakete für analytisches Referenzmaterial an. Diese können Sie kostenlos von unserer Webseite www.restek.com/datapacks herunterladen. Geben Sie einfach die Bestellnummer und Seriennummer des bestellten Produkts ein und Sie erhalten eine PDF Datei zum Ausdrucken.

Schneller Säulenwechsel am GC/MS ohne Belüftung

Die EZ No-Vent™ Kopplung ermöglicht eine schnelle Betriebsbereitschaft ohne Verlust von Daten

- Bis zu 50% Zeitersparnis beim Säulenwechsel.
- Keine speziellen Werkzeuge oder Leitungen. Niedrige Kosten.
- Goldbeschichtete Oberfläche für maximale Inertheit.
- 100µm Id Transferleitung behält den Analyt fokussiert.

Restek
Innovation!

Eine mit Laser gefertigte kritische Öffnung bei der EZ No-Vent™ Kopplung minimiert die in die MS-Quelle eintretende Luftmenge und macht somit aufwendiges und zeitraubendes Spülen mit Inertgas oder erneutes Abpumpen überflüssig. Sie sparen so bei jedem Säulenwechsel mehrere Stunden an Ausfallzeit. Die EZ No-Vent™ Kopplung lässt sich einfach und ohne spezielle Werkzeuge am MS installieren. Abbildung 1 zeigt die Kopplung installiert und gebrauchsbereit.

Wir haben den EZ No-Vent™ Verbinder mit leichtflüchtigen Gasen, die beim kleinsten Totvolumen ein Peak tailing verursachen, getestet. Für eine Vergleichsmessung wurde bei einem 'Purge and Trap' - GC/MS System eine Säule direkt an den Injektor und an das MS Interface angeschlossen. Die erhaltenen Peaks wurden gegen eine Messung mit installierter EZ No-Vent™ Kopplung

verglichen. Bei einem existierenden Totvolumen würde sich das durch ein Tailing oder verbreiterte Peaks zeigen. Die Peakformen waren absolut identisch.

Nachdem wir wussten, dass die Kopplung keinen Einfluss auf die Peakform hat, prüften wir wie lange es dauert bis das MS nach einem Säulenwechsel ohne Belüftung wieder betriebsbereit ist. Wieder verwendeten wir ein 'Purge and Trap' - GC/MS System und leichtflüchtige, halogenierte Kohlenwasserstoffe als Testsubstanzen. Abbildung 2a zeigt ein Chromatogramm vor und Abbildung 2b 76 Minuten nach dem Säulenwechsel. Beachten Sie, dass die Formen und Höhen der Peaks identisch sind. Die Zeit zwischen den Messungen wurde für ein erneutes Autotune des MSD's und dessen Vergleich verwendet. Das System bestand den Bromfluorbenzol

Test. Weitere ausführliche Tests bestätigten, dass die EZ No-Vent™ Kopplung mehrere Säulenwechsel am Tag, ohne negative Effekte für das MS oder den Verlust von Daten, erlaubt.

Sind Sie es leid auf die Betriebsbereitschaft Ihres Massenspektrometers nach einem Säulenwechsel zu warten - dann empfehlen wir Ihnen den Einsatz einer EZ No-Vent™ Kopplung. Die Ausfallzeit wird minimiert und der Probendurchsatz gesteigert.

Abbildung 1 EZ No-Vent™ Kopplung, installiert an einem MS Interface. Montage erfolgt schnell, ohne spezielle Werkzeuge.

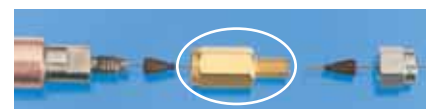
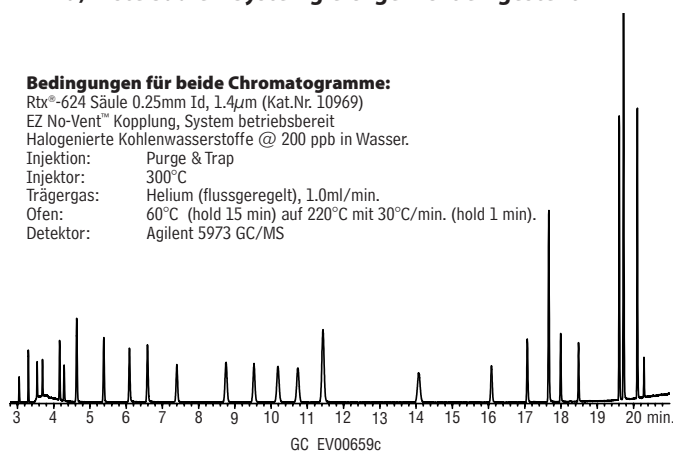
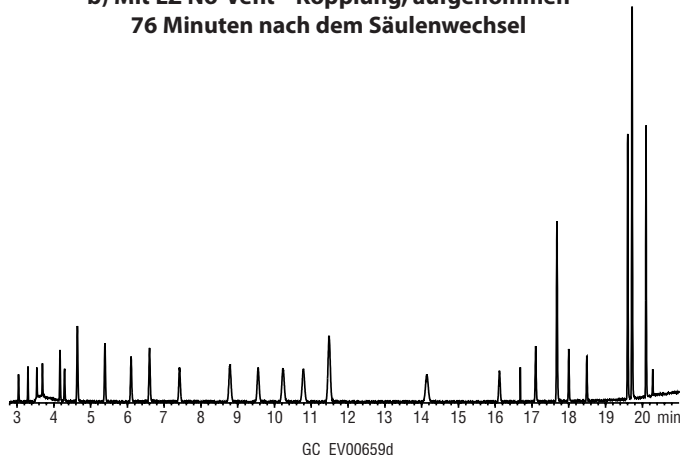


Abbildung 2 Probe gemessen innerhalb 90 Minuten nach einem Säulenwechsel, unter Nutzung einer EZ No-Vent™ Kopplung

a) Erste Säule – Systemgleichgewicht eingestellt



b) Mit EZ No-Vent™ Kopplung, aufgenommen 76 Minuten nach dem Säulenwechsel



Bedingungen für beide Chromatogramme:
 Rtx®-624 Säule 0.25mm Id, 1.4µm (Kat.Nr. 10969)
 EZ No-Vent™ Kopplung, System betriebsbereit
 Halogenierte Kohlenwasserstoffe @ 200 ppb in Wasser.
 Injektion: Purge & Trap
 Injektor: 300°C
 Trägergas: Helium (flussgeregelt), 1.0ml/min.
 Ofen: 60°C (hold 15 min) auf 220°C mit 30°C/min. (hold 1 min).
 Detektor: Agilent 5973 GC/MS

EZ No-Vent™ GC Säulen – Massenspektrometer Verbinder

Beschreibung	Menge	Kat.Nr.
EZ No-Vent™ Kopplung Kit für Agilent 5971/5972 und 5973 GC/MS Kit beinhaltet: EZ No-Vent™ Kopplung, zwei 0.4mm Id Dichtungen für die Kapillarsäule, zwei 0.4mm Id Dichtungen für die Transferleitung, 100µm deaktivierte Transferleitung (1m), Verschluss-Stopfen, Säulenmutter.	Kit	21323
Ersatzdichtungen für die Verbindung Kapillarsäule - EZ No-Vent™: 0.4mm ID	VE 2	21015
0.5mm ID	VE 2	21016
0.4mm Id Ersatzdichtungen für die Verbindung Transferleitung - EZ No-Vent™	VE 2	21043
Deaktivierte Transferleitung 100µm	3ft	21018
EZ No-Vent™ Säulenmutter	VE 5	21900
EZ No-Vent™ Verschluss-Stopfen	VE 2	21915
Gabelschlüssel (1/4" x 5/16")	VE 2	20110

Restek liefert innovatives Werkzeug und Zubehör für Ihr MS. Weitere Informationen finden Sie in unserem Hauptkatalog.

Wussten Sie schon?



Innovatives Zubehör für Geräte

Erleichtert die Arbeit im Labor

Das Restek Innovationsteam ist ständig bemüht neue Produkte zu entwickeln und zu verbessern um unserem Ruf, als Lieferant für qualitativ hochwertige Zubehörteile und Verbrauchsmaterialien für die Gas Chromatography, gerecht zu werden. Wir tun alles um Sie mit erstklassigen Ersatzteilen in Original Herstellerqualität oder weiterentwickelte Ersatzteile, teilweise in neuem Design, zu beliefern.

Wir sind Ihr Lieferant für Verbrauchsmaterialien und Zubehör!

Injektorschlüssel für Shimadzu 17A und 2010 GCs

- Speziell angefertigt für das Shimadzu Injektor Kopfteil.
- Spitzenqualität aus rostfreiem Stahl.



Beschreibung	Vergleichbar mit Shimadzu-Nr.	Menge	Kat.Nr.
Injektorschlüssel für Shimadzu GCs	221-46977-00	Stk.	21159

Septum Halter Kit für TRACE™ 2000 GCs

- Beinhaltet Septumhalterung und Unterlegscheibe.
- Spitzenqualität aus rostfreiem Stahl.



Beschreibung	Vergleichbar mit TF-Nr.	Menge	Kat.Nr.
Septum Halter Kit für TRACE™ 2000 GCs	23303015 350054335	Stk.	21299

Silber PTV Dichtung für Agilent 6890 GCs

Beschreibung	Vergleichbar mit AT-Nr.	Menge	Kat.Nr.
Silber PTV Dichtung für Agilent 6890 GCs	5182-9763	VE 5	21409



Injektor Positionierhilfe für Agilent Autosampler

- Gleiche Qualität wie Original Hersteller Teil.



Beschreibung	Vergleichbar mit AT-Nr.	Menge	Kat.Nr.
Injektor Positionierhilfe für Agilent 7673A & B Autosampler	18597-60805	Stk.	21236
Injektor Positionierhilfe für Agilent 7683A Autosampler	07673-21140	Stk.	21237
Injektor Positionierhilfe für Agilent 7683N Autosampler	G2613-20500	Stk.	21172

Splitless Liner für PerkinElmer GCs

Splitless Liner für PerkinElmer GCs	für:	Id*/Ad & Länge (mm)	Stk.	Kat.Nr. VE 5	VE 25
	headspace und Purge & Trap	1.0 Id 6.2 Ad x 92.1	21272	21273	21274

*Nominal Id am Ausgang der Nadel.

Einlassdichtungen mit zwei Vespel®-Ring

- Ein Vespel®-Ring an der Unterseite macht eine zusätzliche Dichtung überflüssig.
- Ein Vespel®-Ring an der Oberseite kann mit minimalem Kraftaufwand gedichtet werden.
- Eindringen von Sauerstoff wird vermieden, die Lebensdauer der Säulen gesteigert.

Keine zusätzliche Dichtung!



Erhältlich in Siltek™-behandelt, vergoldet oder aus rostfreiem Stahl.

Unsere Einlassdichtung mit zwei Vespel®-Ring verbessert die Leistung des Injektors. Er bleibt dicht auch nach wiederholten Temperaturzyklen ohne Nachziehen der Überwurfmutter. Diese neue Ausführung unserer Einlassdichtung ist mit zwei weichen Vespel® Ringen versehen, je eine auf der Unter- und auf der Oberseite. Dadurch wird eine zusätzliche Dichtung überflüssig und für die Installation ist nur ein minimaler Kraftaufwand notwendig. Die Ringe haben keinen negativen Einfluss auf die kritische Dichtung am Injektor, da sie sich außerhalb des Gasflusses befinden. Tests zeigten, dass bereits mit geringem Kraftaufwand eine dichte Verbindung erreicht wird.

Warum einer Metall-auf-Metall Dichtung vertrauen, wenn mit dem Dual Vespel® Ring Inlet Seal eine einfache, schnelle und beständigere Dichtung erreicht wird. Für die Analyse von nicht reaktiven Verbindungen empfehlen wir den Gebrauch einer Dichtung aus rostfreiem Stahl. Für labile Substanzen sollten die Siltek™-behandelten oder vergoldeten Einlassdichtungen verwendet werden. Höchste Inertheit bietet die Siltek™-behandelte Dichtung.

0.8mm Id Einlassdichtung mit zwei Vespel®-Ring

	VE 2	VE 10
Siltek™	21242	21243
Vergoldet	21240	21241
Rostfreier Stahl	21238	21239

1.2mm Id Einlassdichtung mit zwei Vespel®-Ring

	VE 2	VE 10
Siltek™	21248	21249
Vergoldet	21246	21247
Rostfreier Stahl	21244	21245

*Patent pending.

Chromatographie Zubehör

FID-1000 Gas Station

Sichere Quelle für Reinluft und reinen Wasserstoff

- Eine Einheit liefert Reinluft aus Druckluft und 99,9995% reinen Wasserstoff aus entionisiertem Wasser.
- Ideal für die Versorgung von 1-2 FID's, FTD's oder FPD's.
- Eliminiert gefährliche Gasflaschen.
- Kaum Betriebsgeräusche, minimaler Wartungsaufwand.

neu!



Der FID-1000 Gasgenerator von Parker Balston produziert hochreinen Wasserstoff und Reinluft (<0.1ppm TOC) zum Betrieb von Flammenionisationsdetektoren bei Gaschromatographen. Das System ist für den Betrieb von 1 bis 2 FID's oder einen FID bzw. FPD ausgelegt.

Der Generator erzeugt bis zu 1000ml/min Reinluft durch Aufreinigung von Druckluft. Die Restspuren an Kohlenwasserstoffen liegen unter 0.1ppm (gemessen als Methan).

Der Wasserstoffgenerator produziert Wasserstoff aus entionisiertem Wasser mittels Elektrolyse und einer Übertragung der Protonen durch eine Protonenaustausch-Membranzelle. Er hat eine Leistung von 90ml/min, bei einem Druck von bis zu 60 psig (4 bar).

Gebaut nach internationalen Standards.

Der Generator wird von Balston Parker unter ISO 9001 hergestellt und erfüllt die strengen Laborstandards von CSA, UL, CE und IEC 1010.

Bei der Bestellung des FID-1000 Gasgenerators für Länder außerhalb der USA, geben Sie bitte den entsprechenden Bestellnummerzusatz für die Wahl des Stromkabels an (siehe Tabelle rechts).

Vespe!® Dichtungen

- 100% Hochtemperatur-Polyimid.
- Stabil bis 350°C.
- Langlebig, neigt zum Kleben auf der Säule.



Fitting Grösse	Dichtung Id	Menge	Kat. Nr.
1/16"	0.3mm	VE 10	22213
1/16"	0.4mm	VE 10	22214
1/16"	0.5mm	VE 10	22215
1/16"	0.8mm	VE 10	22216
1/16"	1.0mm	VE 10	22217
1/16"	1.2mm	VE 10	22218
1/16"	1/16"	VE 10	22210
1/8"	1/8"	VE 10	22211
1/4"	1/4"	VE 10	22212
1/4"	1/8"	VE 10	22219

Alumaseal™ Dichtungen*

- Aluminium Konstruktion - bricht und zerfällt nicht.
- Kein Ausgasen, macht dichte Verbindungen, weniger Detektorrauschen.
- Kein Nachziehen der Dichtung nach Temperaturzyklen nötig - ideal für GC/MS.
- Zweiteilige Konstruktion dichtet perfekt auf Fused Silica - ohne Brechen der Kapillare
- Kein Festsitzen in den Fittings wie bei Vespe!® oder Graphit.
- Zum Gebrauch mit jedem 1/16" Swagelok oder Parker Fitting.



Dichtung Id	Passt zum Säulen Id	Menge	Kat.Nr.
0.4mm	0.25mm	VE 10	21472
0.5mm	0.32mm	VE 10	21473
0.8mm	0.53mm	VE 10	21474

*Patent pending.

Spezifikationen: FID-1000 Gas Station

	Wasserstoff	Reinluft
Gasreinheit	99.9995%	<0.1ppm Gesamtkohlenwasserstoff
Flussrate	90cc/min.	1000cc/min.
Erzeugter Druck	60psig	40-125psig*
Anschluss Eingang	NA	1/4" NPT (weiblich)
Anschluss Ausgang	1/8" Swagelok	1/8" Swagelok
Stromversorgung	120VAC/amp	
Abmessungen	16.5 x 10.5 x 17" (h x b x t) 42 x 27 x 43cm	
Gewicht	46lbs / 21kg	

*Drucklufteingang benötigt einen Mindestdruck von 40 psig (3 bar).

Beschreibung	Menge	Kat.Nr.
FID-1000 Gas Station	Stk.	20177

Internationale Stromversorgungskabel

Region	Menge	Kat.Nr. Zusatz
United Kingdom (230VAC, 50/50Hz)	Stk.	-550
Europa (230VAC, 50/60Hz)	Stk.	-551
Nur IEC Stecker (230VAC, 50/60Hz)	Stk.	-552



Wasserstoff-, Stickstoff- und Reinluft-Generatoren sowie Gasreinigungssysteme finden Sie in unserem Katalog.

Schluss mit den Dichtungsproblemen!



Ersatzlampen für HPLC Detektoren

- Entspricht oder übertrifft die Qualität der Originalprodukte.
- Einfache Bestellung – alle Verbrauchsmaterialien bei uns erhältlich

Zusätzlich zu den hier aufgeführten Lampen haben wir ein großes Angebot an HPLC Ersatzteilen und Zubehör. Unser komplettes Angebot finden Sie auf unserer Website, in unserem Katalog oder verlangen Sie den HPLC Ersatzteile Katalog 59012-INT. Falls Sie einen Artikel nicht finden, rufen Sie uns an. Wir erweitern unser Sortiment fortlaufend.



Beschreibung	Modell Nr.	Ähnlich wie OEM-Artikelnummer	Menge	Kat.Nr.
Für Agilent HPLC Systeme				
Detektor Lampe, 1090 DA, 1050 VW/DA/MWD	1090, 1050	79883-60002	Stk.	25260
Lampe, DAD G1315A, G1365A	1100	2140-0590	Stk.	25261
Lampe, VWD G1314A	1100	G1314-60100	Stk.	25262
8453 Deuterium Lampe	—	2140-0605	Stk.	25263
G1321 Fluoreszenz Detektor Blitz Lampe	—	2140-0600	Stk.	25264
Für Beckman HPLC Systeme				
Deuterium Lampe	DU60, 62, 64, 65	596791	Stk.	25454
Für Hitachi HPLC Systeme				
Deuterium Lampe, vorjustiert	L4000, L4200, L4250, L7400	885-3570	Stk.	25465
Für PerkinElmer Instrumente				
Deuterium Lampe	PE Lambda--2, 5, 7, 8, 10, 11, 12, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 40, 800, 900	B0160917	Stk.	25436
Deuterium Lampe	PE 200/785A	N2920149	Stk.	25431
Für Shimadzu HPLC Systeme				
Deuterium Lampe	SPD-6A	062-65056-02	Stk.	25283
Deuterium Lampe	SPD-10A, 10AV	228-34016-02	Stk.	25284
Für Waters™ Detektoren				
Xenon Lampe (ohne Halter oder Spiegel)	470	—	Stk.	25404
Xenon Lampe	474	—	Stk.	25405
Deuterium Lampe (UV/Vis)	480, 481	99499	Stk.	25403
Deuterium Lampe (UV/Vis)	484	80357	Stk.	25406
Deuterium Lampe (UV/Vis)	486	80678	Stk.	25407
Deuterium Lampe	996, 2996	WAT052586	Stk.	25408
Deuterium Lampe	2487	WAS081142	Stk.	25409
Deuterium Lampe, langlebig (2000 Stunden)	486	—	Stk.	25410



Restek Trademarks: Alumaseal, Crossbond, EZ No-Vent, MegaMix, Press-Tight, Resprep, Rtx, SeCure, Silcosteel, Silcote, Siltek, Stabilwax, and the Restek logo.

Other Trademarks: Agilent (Agilent Technologies, Inc.), Teflon, Vespel (E.I. du Pont de Nemours & Co., Inc.), Trace (Thermo Finnigan).

Erhältlich bei:

Switzerland

BGB Analytik AG
Rohrmattstrasse 4
4461 Boeckten
Phone 061 991 00 46
Fax 061 991 00 25
sales@bgb-analytik.com
www.bgb-analytik.com

Austria

CP-ANALYTICA GmbH
Am Pulverturm 17
A-2130 Mistelbach
tel +43(0)2572/4381
fax +43(0)2572/20791
info@cp-analytica.at
www.cp-analytica.at

Gratis!
Literatur!



Genuine Restek Replacement Parts for HPLC Systems
(Lit.Nr. 59012-INT)

Mit der Zeit werden Detektorlampen, Ventile, Dichtungen oder andere

Komponenten abgenutzt oder kontaminiert. Das Arbeiten mit defekten Materialien bedeutet schlechte Chromatographie und kann zu verkürzter Lebensdauer der Säulen führen. In dieser vierseitigen Publikation finden Sie eine große Auswahl an Ersatzteilen für Agilent, Beckman, Hitachi, PerkinElmer, Shimadzu, und Waters Instrumente. Restek Ersatzteile entsprechen oder übertreffen die Qualität der Originalteile.



In Kürze erscheint... HPLC Columns and Accessories
(Lit.Nr. 59241B-INT)

Die neue, erweiterte 2004/2005 Ausgabe enthält Informationen zu

Säulen und Packungsmaterialien, innovative Hilfsmittel und Zubehörteile sowie viele Beispiel-Chromatogramme.