

Sistema GC/MS Agilent Inert Plus com fonte Hydrolnert

Aplicação de H_2 como gás de arraste em análises reais de GC/MS

Introdução

Com o aumento do preço e da pressão no mercado de hélio (He), os laboratórios estão buscando uma alternativa mais sustentável ao hélio e explorando o uso do hidrogênio (H_2) como gás de arraste. Os benefícios do hidrogênio na cromatografia gasosa (GC) são amplamente aceitos, já que esse gás pode ser gerado no laboratório de forma econômica e oferece cromatografia rápida e maior produtividade das amostras. Como o hidrogênio é um gás reativo, as reações de hidrogenação e decloração podem ocorrer na fonte de ionização por elétrons (EI) do espectrômetro de massas. Tais reações podem dificultar o uso de hidrogênio como gás de arraste em muitas aplicações. Uma fonte de extração recém-projetada para os sistemas GC/MSD Agilent 5977B Inert Plus e GC/MS Agilent 7000D/E Inert Plus triplo quadrupolo resolve esses problemas relacionados ao hidrogênio e aprimora o desempenho usando o hidrogênio como gás de arraste em GC/MS e GC/MS/MS. A fonte Agilent Hydrolnert com gás de arraste H_2 retém a fidelidade espectral de massas e permite que os usuários continuem usando as bibliotecas de espectro de massas existentes que utilizam hélio.

Transição do hélio para o hidrogênio

As considerações da aplicação de H₂ às análises de GC/MS já foram discutidas anteriormente.¹ Essas considerações, especialmente o foco nos parâmetros de GC para separação ideal, permanecem válidas com a fonte Hydrolnert para os sistemas de espectrometria de massas Inert Plus. Embora o hélio seja o melhor gás de arraste para GC/MS, a fonte Hydrolnert foi desenvolvida para trabalhar com hidrogênio como gás de arraste, pois é a melhor alternativa caso o hélio esteja indisponível.

Algumas das considerações estão resumidas abaixo:

- É altamente recomendado o uso de tubulação em aço inoxidável com H₂. Se apenas a tubulação de cobre estiver disponível, instale novas linhas de cobre. Um kit de instalação com conexões e tubulações em aço inoxidável está disponível com part number 19199S.
- Sempre use filtros de gás, especialmente com geradores de H₂. Recomenda-se instalar um trap universal grande Agilent (para umidade, O₂ e hidrocarbonetos) para H₂ (part number RSH-2-SS) e um purificador de gases para gás de arraste Agilent (part number CP17976 para o kit contendo a base ou part number CP17973 para a substituição do filtro de gás de arraste caso já possua a base).
- Reduza a temperatura do injetor ao trabalhar com compostos sensíveis ou use injeção splitless a frio com injetor multimodal, sempre que possível.
- A viscosidade do hidrogênio é menor que a do hélio, causando redução nas pressões de entrada. Aconselha-se pelo menos:
 - Alterar as dimensões da coluna ou
 - aumentar o fluxo de gás de arraste.
- Os fluxos ideais de gás de arraste dependem da bomba, pois a capacidade de bombeamento de hidrogênio é menor que a de hélio.
 - Faixa ideal: 0,5 a 1,0 mL/min.
 - Vazão máxima recomendada para a bomba turbo: 2,0 mL/min.
- Use métodos com fluxo constante.
- Para sistemas de GC/MS/MS com hidrogênio, nenhum gás de arrefecimento (hélio) é usado. Remova a tubulação de hélio da parte traseira do módulo de controle de pressão eletrônico (EPC) e defina o gás de arrefecimento para 0,00 mL/min em qualquer método GC/MS/MS.

Ocorrerão alterações na maioria dos casos, e será necessário disponibilizar tempo para atualizar os procedimentos operacionais padronizados (SOPs) e a validação do método.

Fonte Hydrolnert

A fonte Hydrolnert, mostrada na Figura 1, é uma nova fonte com base no modelo da fonte de extração Agilent. A conversão para a fonte Hydrolnert é simples e parte das fontes de extração EI ou EI Inert Plus em sistemas de quadrupolo simples (GC/MSD Agilent 5977B ou 5977C) e quadrupolo triplô (GC/MS Agilent 7000D ou 7000E triplô quadrupolo). Não misture as peças da fonte Hydrolnert com as peças da fonte de extração; isso pode causar resultados inesperados e indesejados, especialmente ao usar hidrogênio como gás de arraste.



Figura 1. Fonte Agilent Hydrolnert.

Normalmente, haveria uma observação sobre hidrogenação ou declaração de algumas classes de compostos usando H_2 com sistemas GC/MS, acompanhado de uma discussão sobre a necessidade de criar bibliotecas internas de compostos ou compreender que as pontuações de correspondência da biblioteca NIST ou de outras bibliotecas de hélio podem não corresponder aos espectros de massas com hidrogênio. No entanto, a fonte Hydrolnert é mais inerte ao H_2 e os espectros de massas mantêm suas características normais como são observadas nos espectros de massas de He.

Este é um exemplo primário dos benefícios da fonte Hydrolnert com nitrobenzeno. Em um experimento com uma fonte de extração com lente de extração de 3 mm, o hidrogênio foi usado como gás de arraste para testar a análise de compostos orgânicos semivoláteis (SVOC). O nitrobenzeno foi um dos compostos na mistura (part number SVM-122-1). Compostos nitro são conhecidos por serem suscetíveis à hidrogenação na presença de calor, hidrogênio e superfícies metálicas; e todos esses fatores estão presentes na fonte de extração. A hidrogenação do nitrobenzeno (peso molecular (PM) m/z 123) formará anilina (PM m/z 93). Ao revisar o espectro de massas do pico no cromatograma de íons totais (TIC) para a fonte de extração e gás de arraste H_2 , o espectro de massas da Figura 2A foi observado. Há presença abundante de m/z 93 e baixa de m/z 123, indicando conversão de nitrobenzeno em anilina na fonte. Pode-se confirmar que isto ocorre na fonte porque o espectro de massas é observado no tempo de retenção do nitrobenzeno, que é bem separado da anilina.

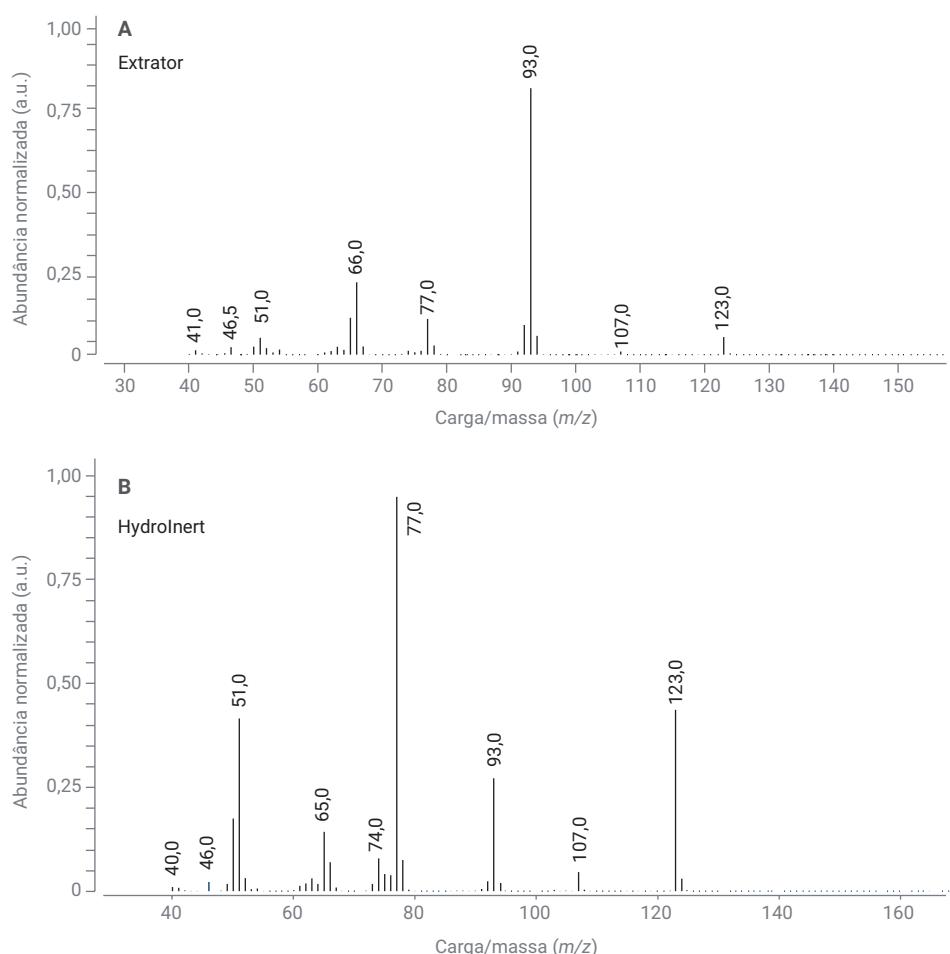


Figura 2. Espectros de massas do pico eluído no tempo de retenção do nitrobenzeno com gás de arraste hidrogênio e (A) fonte de extração com lente de extração de 3 mm indicando hidrogenação para anilina com o íon abundante de m/z 93 e (B) fonte Agilent Hydrolnert, mostrando um espectro de massas aprimorado que correlaciona-se com o nitrobenzeno.

Em comparação, a mesma mistura contendo nitrobenzeno foi testada em uma fonte Hydrolnert (com lente de extração de 9 mm), na qual observa-se a distribuição esperada de m/z 123 e m/z 93 no espectro de massas (Figura 2B), indicando que o nitrobenzeno é retido na fonte e não sofre conversão em anilina. Essa comparação também pode ser observada nos cromatogramas de íons extraídos (EICs) mostrados nas Figuras

3A (conversão da fonte de extração) e 3B (retenção do nitrobenzeno pela fonte Hydrolnert), nos quais observa-se uma proporção aprimorada de 123/93 usando a fonte Hydrolnert, enquanto a sobreposição do EIC da fonte de extração mostra conversão significativa para m/z 93 e cauda evidente no pico.

Exemplos de fidelidade de espectro de massas

O nitrobenzeno é um exemplo de fidelidade de espectro de massas que ocorre com o gás de arraste H_2 e a fonte Hydrolnert. Outros compostos nitro também podem apresentar problemas de hidrogenação na presença de H_2 , seja o composto um pesticida, SVOC ou outra classe de compostos. Os compostos clorados também podem sofrer decloração na presença de gás de arraste H_2 e metais ou outros locais ativos. O diclorodifeniltricloroetano (DDT) é um composto comum que apresenta problemas de degradação no injetor do GC devido ao calor e locais ativos, como metais, mas também pode ser afetado pela decloração na fonte na presença de hidrogênio. O DDT foi analisado usando He e, depois, usando H_2 como gás de arraste com a fonte de extração e duas colunas, a fim de que os tempos de retenção correspondam aos gerados pelo método com gás de arraste He. Normalmente, duas colunas de GC Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert, 15 m × 0,25 mm, 0,25 μ m, são usadas para análise de pesticidas. Com hidrogênio, foram usadas duas colunas de GC Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert, 20 m × 0,18 mm, 0,18 μ m, a fim de que os tempos de retenção sejam correspondentes e não seja necessário redefinir os tempos de retenção para um método de centenas de pesticidas. Com base nos resultados usando hélio, o DDT eluiu em 13,04 minutos, enquanto o diclorodifenildicloroetileno (DDE) e o diclorodifenildicloroetano (DDD) eluíram antes, em 12,44 e 12,88 minutos, respectivamente. Observando os resultados usando H_2 como gás de arraste e fonte de extração, identificou-se DDD ao invés de DDT em 13,04 minutos, conforme indicado na Tabela 1. Com a fonte Hydrolnert e o gás de arraste H_2 , o DDT foi identificado com precisão em 13,04 minutos, com uma pontuação de correspondência da biblioteca de 85 (comparado com a biblioteca NIST17.L). Um erro de identificação em 13,04 minutos com a fonte de extração (e gás de arraste

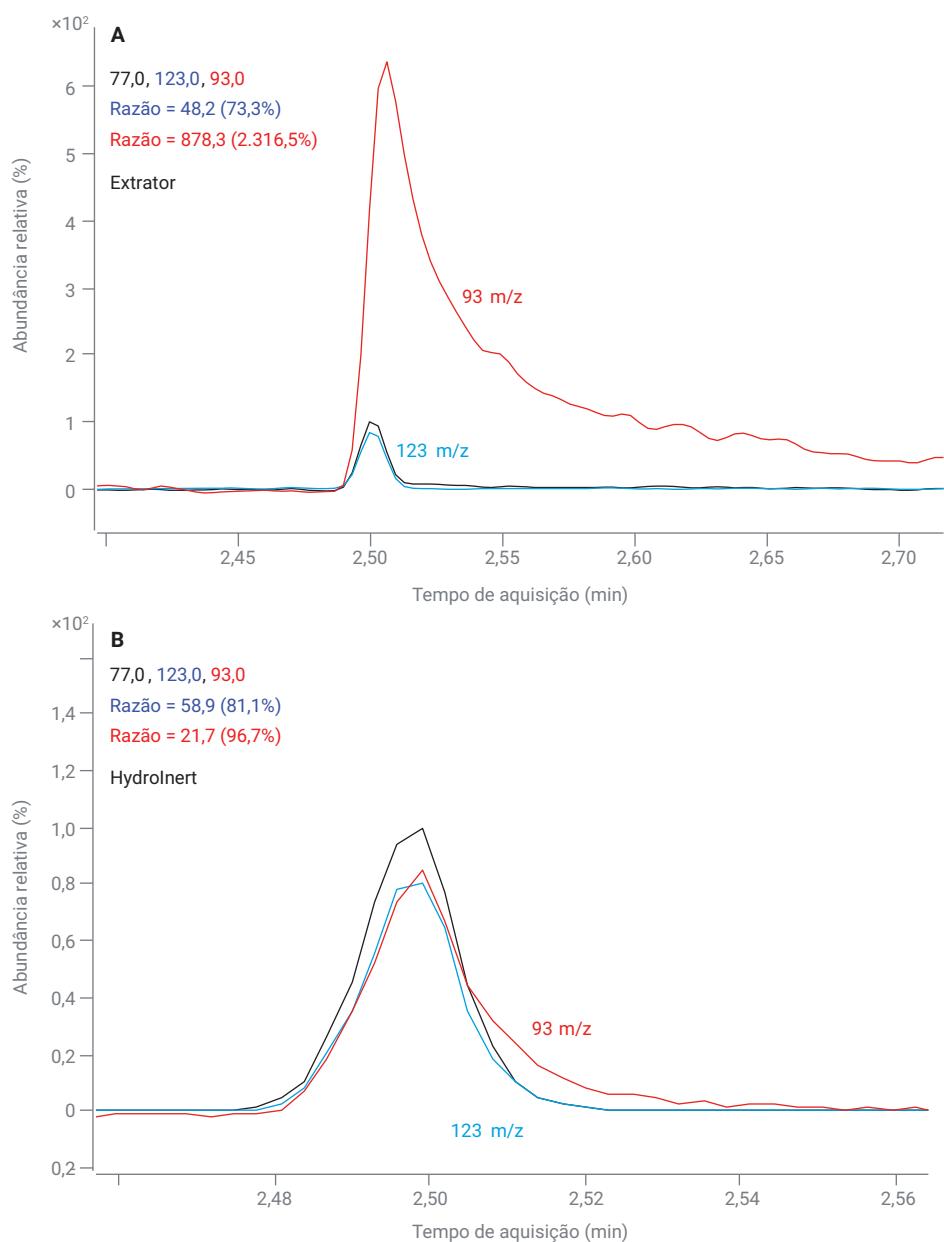


Figura 3. EICs do nitrobenzeno com gás de arraste hidrogênio e (A) fonte de extração com lente de extração de 3 mm indicando hidrogenação para anilina com o íon abundante de m/z 93 e (B) fonte Agilent Hydrolnert, mostrando melhoria na proporção de m/z 123 versus 93.

Tabela 1. Comparação da fonte de extração e Agilent Hydrolnert com gás de arraste H_2 para identificação de DDT e produtos de decomposição do DDT.

Fonte com gás de arraste H_2	Tempo de retenção (min)	Composto identificado	Pontuação de correspondência da biblioteca
Extrator	13,04	DDD	79
Hydrolnert	13,04	DDT	85

hidrogênio) ocorreu em múltiplas corridas, indicando decloração do DDT para DDD na fonte. Em ambos os sistemas com fonte de extração e Hydrolnert, o DDE e o DDD também foram identificados em seus respectivos tempos de retenção (12,44 e 12,88 minutos), mostrando que também havia <10% de degradação do DDT ocorrendo no injetor. A degradação no injetor não foi o foco desse conjunto de testes. A otimização dos parâmetros de injeção e liner pode diminuir a degradação do DDT, assim como a diminuição das temperaturas do injetor ou o modo splitless a frio com injetor multimodal.

Outro exemplo de composto clorado pode ser observado com heptacloro. Utilizando o mesmo planejamento experimental do nitrobenzeno, uma fonte de extração com lente de extração de 3 mm foi instalada em um instrumento GC/MS de quadrupolo simples com gás de arraste H_2 , sendo esta a lente de extração recomendada para análise de pesticidas com He. Uma mistura de pesticidas (part number PSM-105-A), incluindo heptacloro, foi diluída para 10 ng/ μ L e um conjunto de hidrocarbonetos aromáticos policíclicos (PAHs) deuterados foi adicionado como padrões internos. O espectro de massas do heptacloro após a deconvolução é mostrado na Figura 4A com uma comparação completa com o espectro de massas da biblioteca NIST17.L para o heptacloro. Os íons mais abundantes deveriam ser m/z 272, 274, 270, 100 e 65, mas as Figuras 4A e 5A evidenciam um aumento significativo na abundância de íons em torno de m/z 235 e 237, posicionando-os entre os cinco íons mais abundantes, enquanto as m/z 272 e 274 são suprimidas. Apenas a m/z 272 é encontrada nos cinco cromatogramas de íons extraídos mais abundantes e a m/z 165 apresenta contribuição significativa como cromatograma de íons extraído, a qual deveria apresentar pouca ou nenhuma intensidade. Além disso, dois dos cinco EICs, m/z 66 e 272, apresentam ápices de pico diferentes dos outros três. Essa troca nas regiões de maior abundância de m/z 272 a 235, a diferença entre os íons de maior abundância e os ápices de pico divergentes indicam a ocorrência de reações de decloração na

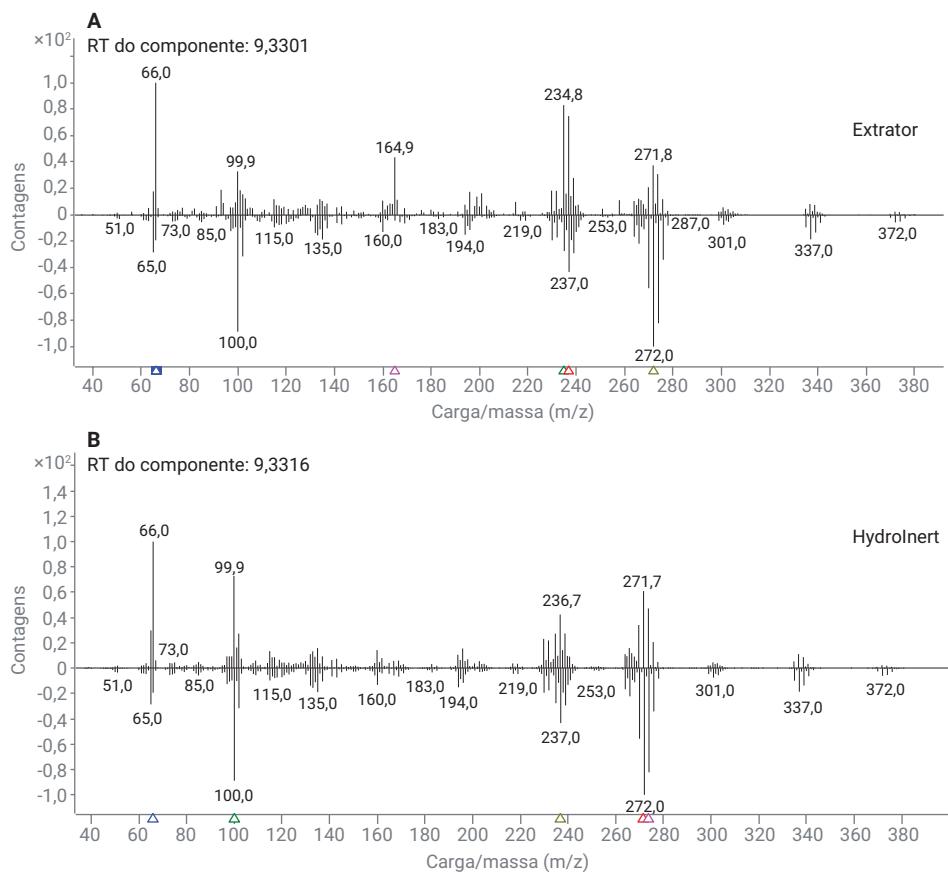


Figura 4. Comparação completa entre o espectro de massas após deconvolução (superior) e o espectro de massas da biblioteca, NIST17.L (inferior) para heptacloro com gás de arraste H_2 e (A) fonte de extração com lente de extração de 3 mm e (B) fonte Agilent Hydrolnert com lente de extração de 9 mm.

fonte. Em comparação, os resultados com gás de arraste H_2 e a fonte HydroInert com lente de extração de 9 mm são mostrados no espectro de massas extraído na Figura 4B e os cinco EICs mais abundantes na Figura 5B. Na Figura 4B, a região de m/z 272 é mais intensa que a região de m/z 237 e há abundância significativa para m/z 100, assim como o espectro de referência da biblioteca na parte inferior da comparação cabeça-cauda, indicando retenção de átomos de cloro. Além disso, os cinco principais EICs dos resultados com a fonte HydroInert alinharam os ápices dos picos e incluem três dos íons esperados: m/z 272, 274 e 100; os íons m/z 237 e 270 apresentam abundância similares, com a m/z 237 ligeiramente mais alta e evidente em relação à m/z 270, alcançando os cinco principais EICs.

Exemplos de pontuação de correspondência da biblioteca

Uma vez que a fonte HydroInert evita a degradação, hidrogenação e decloração de compostos na presença de hidrogênio, as bibliotecas de espectros de massas coletados com hélio podem ser usadas com a fonte HydroInert e gás de arraste H_2 . Concluímos experimentos que avaliaram o uso de uma grande biblioteca geral, como a biblioteca NIST, ao usar He ou H_2 como gás de arraste com as fontes de extração e HydroInert, com suas respectivas lentes de extração de 9 mm, conforme indicado: uma fonte de extração com gás de arraste He, uma fonte de extração com gás de arraste H_2 e uma fonte HydroInert com gás de arraste H_2 . Uma mistura de SVOCs, pesticidas e compostos de fragrância foi preparada com um conjunto de seis PAHs deuterados a 10 ng/ μ L para ser analisada nos três experimentos descritos com um GC Agilent 8890 e espectrômetro de massas 5977 Inert Plus de quadrupolo simples no modo de varredura. Os dados foram carregados no software Agilent MassHunter Unknowns Analysis, um método de deconvolução foi aplicado e a biblioteca NIST17.L foi usada para avaliar as

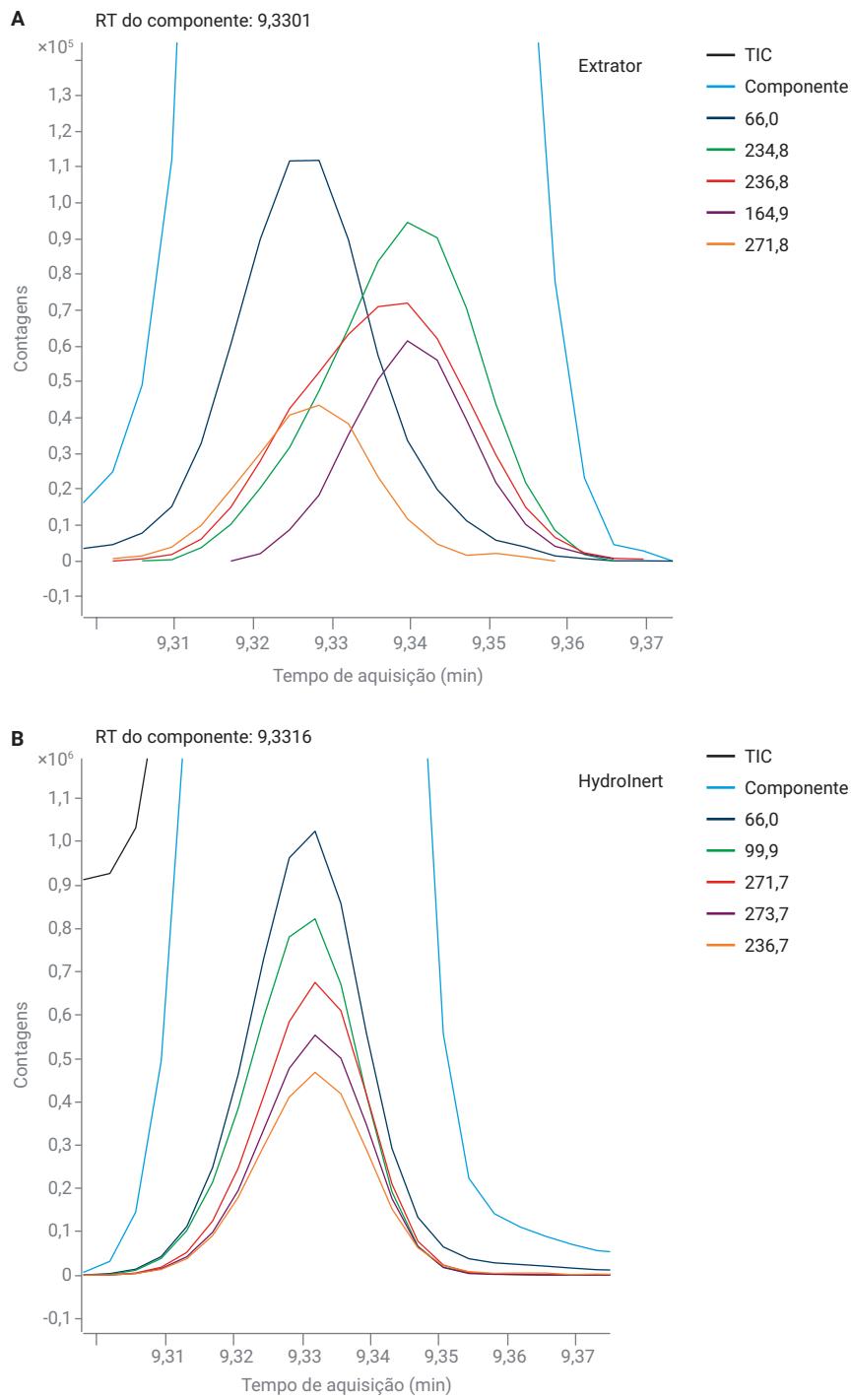


Figura 5. EICs dos cinco íons mais abundantes para heptacloro com gás de arraste H_2 e (A) fonte de extração com lente de extração de 3 mm e (B) fonte Agilent HydroInert com lente de extração de 9 mm.

pontuações de correspondência da biblioteca (LMS). Os valores de LMS para o gás de arraste hélio com fonte de extração descritos na Tabela 2 foram usados como valores de referência para comparação com o gás de arraste H_2 com fonte de extração (coluna central) ou fonte Hydrolnert (coluna direita). Todos os valores de LMS para a fonte Hydrolnert estão dentro de cinco pontos percentuais comparado ao LMS para hélio, nos quais alguns dos valores de LMS para a fonte Hydrolnert com H_2 apresentam melhor correspondência à biblioteca NIST, por exemplo, 4-nitrofenol e benzidina. Quinze valores de LMS coletados com Hydrolnert estão dentro de dois pontos percentuais dos dados coletados com He, e cinco valores de LMS com Hydrolnert estão três ou mais pontos percentuais acima dos valores de LMS coletados com He, como almíscar ambreta e benzidina. Os altos valores de LMS com gás de arraste H_2 e fonte Hydrolnert indicam retenção de grupos funcionais e fidelidade espectral de massas na fonte. Porém, o gás de arraste H_2 e a fonte de extração apresentaram 10 compostos com valores de LMS inferiores a cinco pontos percentuais ou mais comparados aos valores de LMS para H_2 com Hydrolnert. Alguns valores baixos de LMS para a fonte de extração chegam ao nível de 70, como benzidina e benzo(b) fluoranteno, indicando a ocorrência de hidrogenação ou outras conversões na fonte de extração com gás de arraste H_2 . Como esperado, os compostos clorados e nitro foram afetados pelo uso de H_2 como gás de arraste e fonte de extração, apresentando pontuações de correspondência de biblioteca mais baixas, incluindo nitrobenzeno (LMS de 80,9), 4-nitrofenol (LMS de 83,1), pentaclorofenol (LMS de 85,4), fenitrotiona (LMS de 88,3) e almíscar cetona (LMS de 89,8). Essas pontuações ainda são relativamente altas, mas à medida que as concentrações diminuem e a identificação se torna mais difícil, a conversão de compostos na fonte se torna mais problemática. Em resumo, a fonte Hydrolnert com gás de arraste H_2 mantém a fidelidade de espectro de massas e pode permitir que os usuários continuem usando as bibliotecas de espectro de massas de He.

Tabela 2. Comparação dos valores de LMS para uma mistura de SVOCs, pesticidas e compostos de fragrância usando uma fonte de extração com gás de arraste He, uma fonte de extração com gás de arraste H_2 e uma fonte Hydrolnert Agilent com gás de arraste H_2 .

Analito	Extrator He LMS	Extrator H_2 LMS	Hydrolnert H_2 LMS
Anilina	98,6	92,3	97,7
1,4-diclorobenzeno-d ₄	96,7	94,7	97,5
Nitrobenzeno	95,7	80,9	94,3
Ácido benzóico	93,3	87,7	97,2
Naftaleno-d ₈	96,9	93,9	97,6
Acenafteno-d ₁₀	98,3	97,3	97,8
2,4-dinitrofenol	95,6	90,6	94,8
4-nitrofenol	89,5	83,1	94,8
4,6-dinitro-2-metilfenol	94,3	93,6	95,7
Pentaclorofenol	90,7	85,4	89,1
4-aminobifenil	96,9	95,8	97,9
Fenanreno-d ₁₀	97,7	93,3	97,2
Almíscar ambreta	86,6	86,3	89,5
Fenitrotiona	95,6	88,3	97,0
Almíscar cetona	95,8	89,8	98,2
Benzidina	92,6	70,1	97,5
3,3'-diclorobenzidina	97,3	89,8	95,3
Criseno-d ₁₂	96,0	84,8	93,5
Benzo[b]fluoranteno	97,8	70,1	98,4
Benzo[k]fluoranteno	97,8	96,8	98,4
Perileno-d ₁₂	94,4	79,4	93,1

Menos limpeza da fonte

Uma das vantagens observadas com o uso do hidrogênio como gás de arraste é a redução da limpeza da fonte de EI. Isso foi observado ao usar a fonte de íons autolimpante Agilent Jet Clean, que apresenta um fluxo baixo de hidrogênio na fonte durante ou após a análise.² Essa redução da limpeza da fonte também é observada com a fonte Hydrolnert. Um conjunto de experimentos foi concluído com o objetivo de investigar a vida útil da fonte usando uma matriz complexa de solo e os analitos-alvo e critérios de controle de qualidade do método 8270 da Agência de Proteção Ambiental (EPA) para avaliar quando o GC ou MS precisava de manutenção. Um conjunto de experimentos utilizou He como gás de arraste com uma fonte de extração e lente de extração de 9 mm; o outro

experimento usou gás de arraste H_2 com fonte Hydrolnert e lente de extração de 9 mm (Hydrolnert). O sistema de GC/MS com He exigiu a limpeza da fonte após uma média de 365 injeções de matriz (581 injeções no total). Quanto à fonte Hydrolnert, 5200 injeções de matriz foram concluídas antes que a fonte apresentasse falha nos critérios de aceitação. O repeller e a lente de extração Hydrolnert foram substituídos e o tune foi refeito, permitindo que o sistema recuperasse um desempenho aceitável. Neste momento, recomenda-se que o repeller e a lente de extração Hydrolnert sejam substituídos, se estiverem sujos. Os critérios do método não podem ser recuperados com a manutenção do GC. O isolante da lente de extração (part number G3870-20445) também pode ser substituído ao mesmo tempo, pois os isolantes de cerâmica podem acumular sujeira com o tempo.

Sensibilidade

Dependendo da aplicação, a sensibilidade é afetada pelo uso do H_2 como gás de arraste, especialmente ao usar fontes MS existentes, como a fonte de extração. Os usuários tendem a observar reduções na razão sinal-ruído (S/N) e potencial diminuição das faixas lineares para calibração ou limites de detecção (LOD) mais altos devido a interferências de ruído mais altas causadas por interações de hidrogênio. Para a fonte Hydrolnert em aplicações selecionadas, observamos valores de S/N ou abundância aumentados para compostos em comparação com a fonte de extração. Por exemplo, compostos orgânicos voláteis (VOCs) foram testados

em amostras de água usando um amostrador de headspace Agilent 7697A, GC 8890 e GC/MSD 5977 Inert Plus para comparar a sensibilidade e o S/N para a fonte de extração e a fonte Hydrolnert com o gás de arraste H_2 . Como exemplo de compostos, o bromofórmio e o tetracloreto de carbono apresentaram aumentos na abundância e S/N observados na Figura 6. Na mesma análise, o 1,4-dioxano exibiu aumento na abundância com a fonte Hydrolnert, mas resultados de S/N semelhantes aos da fonte de extração (Figura 7). Nem todos os compostos, matrizes ou análises terão resultados iguais ou melhores, e por isso devem ser testados antes de migrar vários instrumentos para o hidrogênio.

Para verificar a sensibilidade da fonte Hydrolnert com gás de arraste H_2 , octafluoronaftaleno (OFN) a 10 fg/ μ L (part number 5190-0585) foi adquirido para um teste de sensibilidade do GC/MS/MS. Para o sistema de GC/MS/MS de quadrupolo em tandem, 4 fg é o limite de detecção do instrumento (IDL) máximo permitido, e valores de 4,0 fg ou inferiores são considerados aprovados. Quatro conjuntos de dados de 12 injeções de OFN foram concluídos para avaliar o IDL da fonte Hydrolnert com gás de arraste H_2 em um sistema de GC 8890 e GC/MS 7000E triplo quadrupolo. Os quatro valores de IDL foram 2,1, 4,0, 2,0 e 3,5 fg para uma média de 2,9 fg do IDL, todos aprovados pelos critérios.

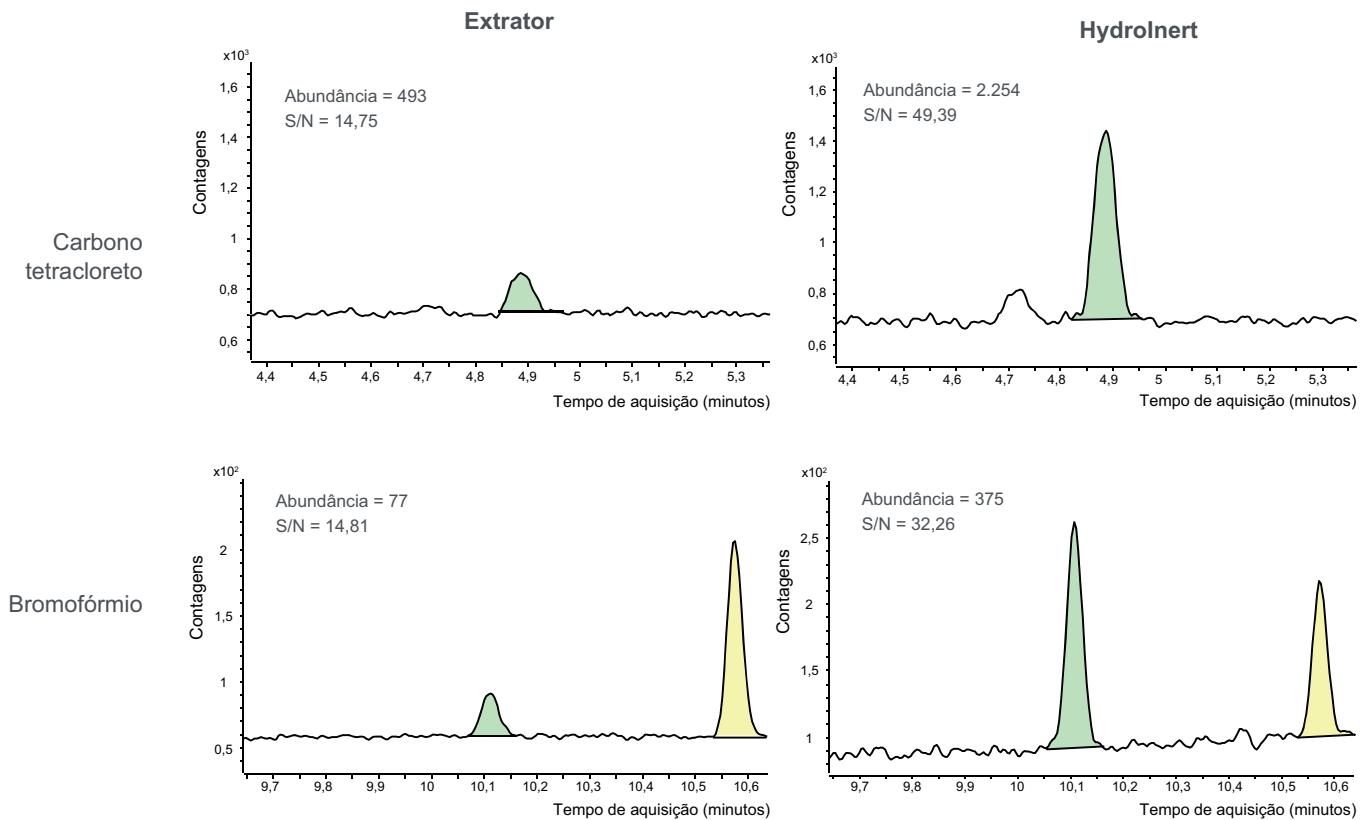


Figura 6. Comparação de EICs da fonte Agilent Hydrolnert e da fonte de extração para tetracloreto de carbono e bromofórmio com hidrogênio como gás de arraste com foco na abundância e S/N.

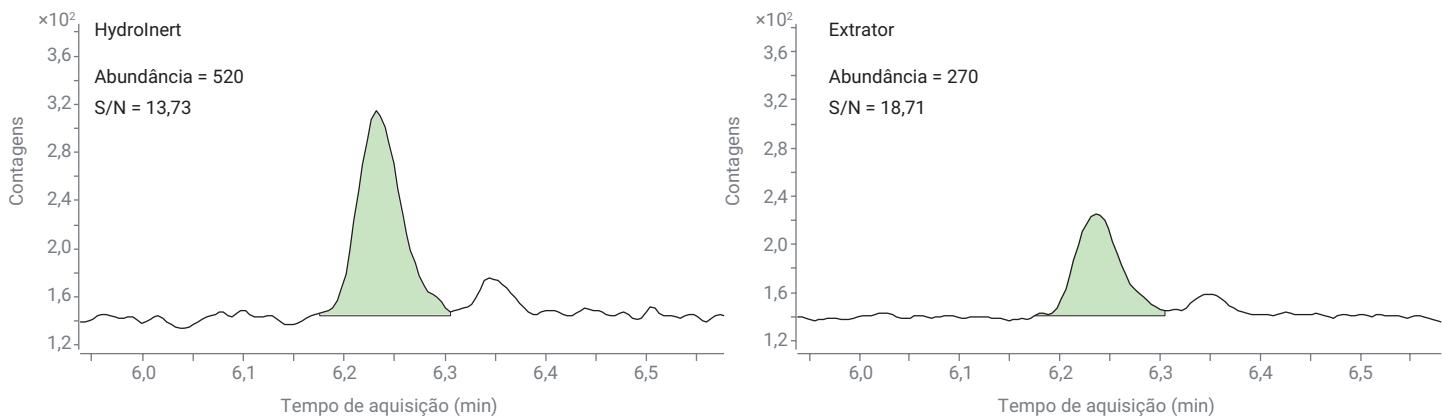


Figura 7. Comparação de EICs da fonte Agilent Hydrolnert e da fonte de extração para 1,4-dioxano com hidrogênio como gás de arraste com foco na abundância e S/N.

Aplicações verificadas

Um conjunto de aplicações foi selecionado para avaliar a fonte Hydrolnert com H_2 em análises de GC/MS e GC/MS/MS. As seções a seguir destacam os resultados do uso de H_2 como gás de arraste e fonte Hydrolnert para análise de SVOC, pesticidas, PAHs e outros. Com base nos testes, a Tabela 3 foi gerada para resumir o desempenho de um sistema Hydrolnert Inert Plus

comparado a um sistema Inert Plus normal com uso do gás de arraste H_2 . Os resultados foram identificados como "Inaceitável" se os espectros de massas apresentam alterações na distribuição dos fragmentos de íons e erros de identificação de compostos devido à degradação, hidrogenação ou decloração. Algumas aplicações têm resultados comparáveis em relação à fidelidade espectral de massas entre o sistema GC/MS "normal" e o sistema

Hydrolnert usando as respectivas lentes de extração de 9 mm, como as análises de hidrocarbonetos e PAH, e foram identificadas como aplicações "neutras". As aplicações foram identificadas como tendo resultados "Diferenciados" quando a fonte Hydrolnert (na presença de gás de arraste H_2) manteve a fidelidade espectral de massas e os compostos foram identificados corretamente usando uma biblioteca de hélio como referência.

Tabela 3. Teste de classes de compostos, incluindo exemplos de compostos, com capacidade de desempenho para hidrogênio como gás de arraste com fonte Inert Plus típica e fonte Agilent Hydrolnert.

Classe de composto	Exemplo de composto(s)	Gás de arraste H_2 + Fonte normal de GC/MS	Gás de arraste H_2 + Fonte Hydrolnert
Compostos nitro	Nitrobenzeno, fenitrotiona, etalfuralina	Inaceitável	Diferenciado
Compostos fortemente clorados	DDT, Endrin, heptacloro, compostos BHC, pentaclorofenol	Inaceitável	Diferenciado
PAHs	Benz(a)fluoranteno, benzo[g,h,i]períleno, fluoranteno	Neutro	Neutro
Alcanos >C ₂₄	Tetracosano (C ₂₄), octatriacontano (C ₃₈)	Neutro	Neutro
Pesticidas	Deltametrina, fipronil, permetrina, captano	Inaceitável	Diferenciado
Compostos de aroma/fragrância	Almíscar cetona, almíscar ambreta, linalol	Inaceitável	Diferenciado
VOCs	1,4-dioxano, triclorometano, bromodíclorometano	Neutro	Diferenciado

- "Inaceitável" foi declarado quando observou-se infidelidade de espectro de massas ou erro de identificação de compostos.

- "Neutro" foi determinado quando os resultados foram semelhantes no sistema GC/MS normal e na fonte Hydrolnert com hidrogênio como gás de arraste.

- "Diferenciado" foi declarado quando a fonte Hydrolnert manteve a fidelidade de espectro de massas e os compostos foram identificados corretamente usando uma biblioteca de hélio como referência.

Hidrocarbonetos

Marcadores de hidrocarboneto de *n*-decano (C_{10}) a *n*-octatriacontano (C_{38}) podem ser usados para avaliar pontos frios e com atividade em sistemas de GC/MS, onde os compostos de alto peso molecular terão formato do pico ruim e distorção significativa ($>2,0$), especialmente com gás de arraste H_2 . Especificamente, para comparação entre a fonte de extração existente e a fonte Hydrolnert, o fator de distorção de cada pico de hidrocarboneto de cadeia linear foi avaliado para verificar se a fonte Hydrolnert não apresentou piora no formato do pico. O TIC da fonte Hydrolnert é exibido na Figura 8A e o TIC da fonte de extração existente para os hidrocarbonetos é mostrada na Figura 8B. A comparação do TIC mostra significativa cauda no pico para a fonte de extração com gás de arraste H_2 começando no C_{22} (fator de distorção de 1,27), aumentando para um fator de distorção de 2,1 para C_{26} e continuando a aumentar até distorções extremas no C_{38} (fator de distorção de 10,2). Enquanto isso, os dados do TIC da fonte Hydrolnert mostra um formato do pico aprimorado com fatores de distorção que variam entre 0,6 a 0,9, sendo 1,0 o fator de distorção ideal. O formato do pico aprimorado com a fonte Hydrolnert e gás de arraste H_2 indica estabilidade térmica e atividade reduzida no espectrômetro de massas, em comparação com a fonte de extração existente com gás de arraste H_2 .

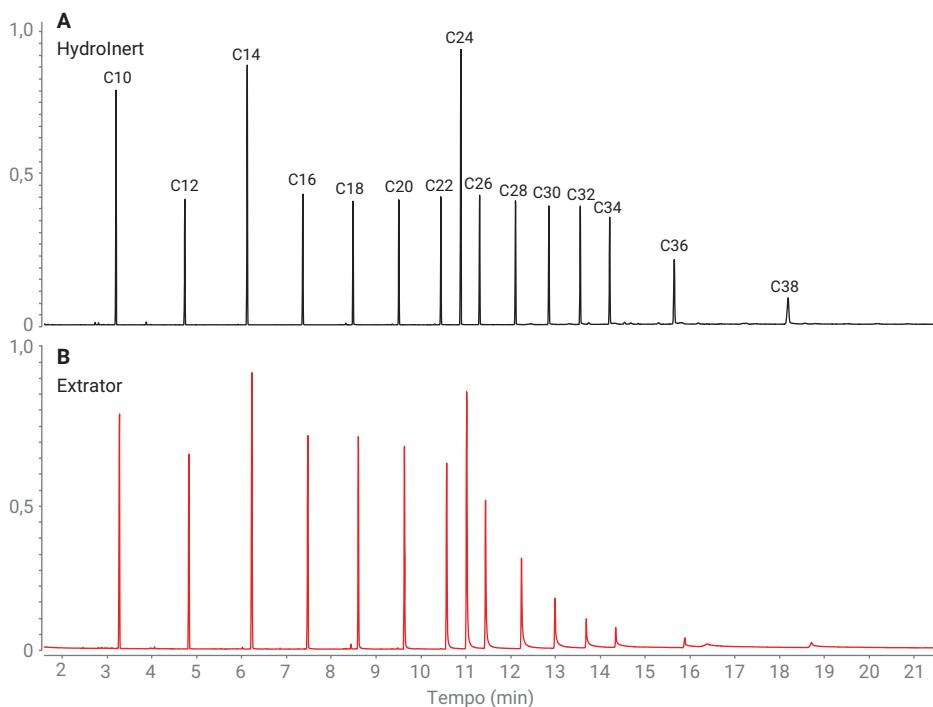


Figura 8. TICs dos hidrocarbonetos de cadeia linear *n*-decano (C_{10}) a *n*-octatriacontano (C_{38}) para representar visualmente a distorção (ou a ausência dela) com hidrogênio como gás de arraste e (A) fonte Agilent Hydrolnert e (B) fonte de extração existente.

Análise de compostos semivoláteis: EPA 8270 e PAHs

O método EPA 8270 dos Estados Unidos (versões 8270D e 8270E) contém uma lista de mais de 200 compostos adequados para análise por CG/MS em resíduos sólidos, solo, ar e extratos de água.^{3,4} O método 8270 contém SVOCs de várias classes de analitos como ácidos, bases, compostos neutros e PAHs. A fim de entender a faixa de aplicação e o limite da fonte Hydrolnert, os analitos do EPA 8270 foram testados, devido à ampla variedade de classes de compostos e aplicações em laboratórios. A mistura de varredura na Tabela 2 é composta por diversos compostos semivoláteis que são encontrados na lista do método EPA 8270, que mostra a retenção de fragmentos espectrais de massa esperados com altos LMSs comparados a uma biblioteca de origem com uso de hélio, como a NIST. Além disso, a Figura 10 compara a fonte de extração (superior) e a fonte Hydrolnert (inferior) para uma mistura de 68 SVOCs

e PAHs com uso de H_2 como gás de arraste, resultando em excelente formato do pico e evidente melhora no formato do pico para a fonte Hydrolnert em comparação com a fonte de extração.

Um componente crítico do EPA 8270 é o critério de tune associado às razões de íons de decafluorotrifenilfosfina (DFTPP). O método EPA 8270 foi testado no sistema GC/MS/MS, onde o algoritmo etune é recomendado para uso (observado em nota de aplicação anterior).⁵ Para o sistema de GC/MS de quadrupolo simples, o critério de razão de íons da Tabela 3 para o DFTPP no método EPA 8270E e EPA 8270D foram usados para testar a fonte Hydrolnert com gás de arraste H_2 .^{3,4} O método EPA 8270D inclui mais critérios de razão de íons do que o EPA 8270E, que reflete a tabela de critérios EPA 525. A Tabela 4 resume as abundâncias relativas das razões de íons de DFTPP em 25 ng/ μ L, os critérios do método e se as abundâncias relativas medidas correspondem aos critérios, e todas as abundâncias relativas medidas passaram pelos critérios de razão de íons dos métodos 8270E e 8270D.

Sempre existe preocupação com a sensibilidade e manutenção dos fatores de resposta (RFs) para sistemas de quadrupolo simples e triplo quadrupolo ao substituir uma análise de hélio para hidrogênio. A Tabela 5 lista os RFs da Tabela 4 (critérios de orientação) do método EPA 8270E, os RFs de uma análise de GC/MS com gás de arraste hélio, os RFs para análise de GC/MS com fonte Hydrolnert e gás de arraste hidrogênio e os RFs para análise de GC/MS/MS com fonte Hydrolnert e gás de arraste hidrogênio. Todos os sistemas de teste usaram lentes de extração de 9 mm, de acordo com tipo de fonte (por exemplo, a fonte Hydrolnert usou uma lente de extração Hydrolnert de 9 mm). Os RFs da Tabela 4 do método EPA 8270E são critérios de orientação e não são requisitos de aprovação para o método, mas idealmente os RFs devem ser semelhantes a esses valores de orientação. Para a análise de GC/MS com He, dois compostos apresentam RFs abaixo dos critérios de orientação: hexacloroetano e N-nitroso-di-*n*-propilamina. Para a análise de GC/MS Hydrolnert com H₂, cinco compostos adicionais apresentaram RFs abaixo dos critérios de orientação, onde quatro estão dentro de 0,1 pontos. Por exemplo, o critério RF de orientação para o bis(2-cloroetil)éter é 0,7 e o RF do GC/MS Hydrolnert com H₂ foi 0,6. Para a análise de GC/MS/MS Hydrolnert com H₂, haviam outros 15 compostos com valores de RF inferiores aos do sistema GC/MS com He, mas o GC/MS/MS também permite potencialmente a análise de níveis de concentração mais baixos até 20 pg/μL, quando a faixa de calibração normal for de 100 pg/μL a 100 ng/μL. Em relação à sensibilidade, 96 compostos foram analisados em uma aplicação anterior para o EPA 8270 com gás de arraste He no GC/MS.⁶ Comparando com o mesmo conjunto de compostos usando a fonte Hydrolnert e gás de arraste H₂ (também no GC/MS), apenas cinco compostos resultaram em uma menor faixa linear: hexaclorobutadieno, 2,6-dinitrotolueno, dietil ftalato, 2,4-dinitrotolueno e pentaclorofenol, nos

Tabela 4. Íons DFTPP, critérios de abundância do método EPA 8270D e 8270E^{3,4}, abundância relativa medida e aprovação/reprovação da abundância relativa.

Massa-alvo (<i>m/z</i>)	Critérios de abundância de íons	Abundância relativa medida	Aprovado/Reprovado
51	*10 a 80% de <i>m/z</i> 198	11,4%	Aprovado
68	<2% de <i>m/z</i> 69	1,7%	Aprovado
69	Presente	27,2%	Aprovado
70	<2% de <i>m/z</i> 69	1,0%	Aprovado
127	*10 a 80% de <i>m/z</i> 198	31,1%	Aprovado
197	<2% de <i>m/z</i> 198	0,1%	Aprovado
198	Pico base ou presente *ou >50% de <i>m/z</i> 442	73,7%	Aprovado
199	5 a 9% de <i>m/z</i> 198	7,4%	Aprovado
275	10 a 60% do pico base	29,2%	Aprovado
365	>1% do pico base	3,5%	Aprovado
441	<150% de <i>m/z</i> 443 *presente, mas <24% de 442	86,4% *16,7%	Aprovado
442	Pico base ou presente *ou >50% de <i>m/z</i> 198	100% (pico base)	Aprovado
443	15 a 24% de <i>m/z</i> 442	23,4%	Aprovado

* Indica a diferença entre os requisitos do método EPA 8270D e os requisitos do método EPA 8270E.

Tabela 5. Fatores de resposta (RFs) para compostos selecionados do método EPA 8270E (Tabela 4 no método EPA)⁴, análise de GC/MS de quadrupolo simples com He como gás de arraste, análise de GC/MS de quadrupolo simples com fonte Agilent Hydrolnert e H₂ como gás de arraste e análise de GC/MS/MS de quadrupolo em tandem com fonte Hydrolnert e H₂ como gás de arraste.

Composto	Fator de Resposta (RF) do método EPA 8270E ⁴	RF GC/MS He	RF GC/MS H ₂ Hydrolnert	RF GC/MS/MS H ₂ Hydrolnert
Acenafteno	0,9	1,3	1,1	0,2
Acenaftileno	0,9	1,9	1,4	0,1
Acetofenona	0,01	1,2	0,4	1,0
Antraceno	0,7	1,1	1,0	0,9
Benzo(a)antraceno	0,8	1,4	1,5	1,0
Benzo(a)pireno	0,7	1,2	0,9	0,9
Benzo(b)fluoranteno	0,7	1,4	1,2	1,2
Benzo(g,h,i)períleno	0,5	1,1	1,0	1,3
Benzo(k)fluoranteno	0,7	1,2	1,2	1,3
Bis(2-cloroetoxi)metano	0,3	0,4	0,3	0,7
Bis(2-cloroetil)éter	0,7	0,8	0,6	0,5
Bis-(2-etylhexil)ftalato	0,01	0,8	0,5	0,2
4-Bromofenil-fenil éter	0,1	0,3	0,2	0,2
Butil benzil ftalato	0,01	0,6	0,3	0,1
4-Cloroanilina	0,01	0,4	0,4	0,6
4-Cloro-3-metilfenol	0,2	0,3	0,2	0,4
2-Cloronáftaleno	0,8	2,4	1,0	0,8
2-Clorofenol	0,8	0,8	0,7	0,5
4-Chorofenil-fenil éter	0,4	0,7	0,5	0,3
Criseno	0,7	1,2	1,1	0,4
Dibenzo(a,h)antraceno	0,4	1,1	1,0	0,2
Dibenzofurano	0,8	1,7	1,5	1,4

quais os três primeiros foram menores em nível de concentração, começando em 200 pg/µL ao invés de 100 pg/µL, e a faixa de calibração do 2,4-dinitrotolueno foi de 0,1 a 75 ng/µL para a análise com Hydrolnert e H₂. A faixa de concentração de pentaclorofenol começa em 500 pg/µL para a análise por GC/MS Hydrolnert com H₂, ao invés de 100 pg/µL. Para o ácido benzoico, a fonte Hydrolnert com gás de arraste H₂ exibiu a mesma faixa de calibração do He, de 0,8 a 100 ng/µL. O gás de arraste H₂ com fonte Hydrolnert mantém a sensibilidade para a maioria dos compostos semivoláteis testados, que são normalmente observados com o gás de arraste He.

Composto	Fator de Resposta (RF) do método EPA 8270E ⁴	RF GC/MS He	RF GC/MS H ₂ Hydrolnert	RF GC/MS/MS H ₂ Hydrolnert
Di- <i>n</i> -butil ftalato	0,01	1,3	0,8	0,8
3,3'-diclorobenzidina	0,01	0,5	0,4	0,1
2,4-Diclorofenol	0,2	0,3	0,2	0,4
Dietil ftalato	0,01	1,4	1,0	0,6
Dimetilftalato	0,01	1,4	1,0	0,8
2,4-Dimetilfenol	0,2	0,3	0,3	0,4
4,6-Dinitro-2-metilfenol	0,01	0,2	0,1	0,01
2,4-Dinitrofenol	0,01	0,2	0,1	0,02
2,4-Dinitrotolueno	0,2	0,4	0,2	0,03
2,6-Dinitrotolueno	0,2	0,3	0,2	0,03
Di- <i>n</i> -octil ftalato	0,01	1,3	0,8	0,4
Fluoranteno	0,6	1,2	1,2	0,4
Fluoreno	0,9	1,3	1,2	1,4
Hexaclorobenzeno	0,1	0,3	0,3	0,4
Hexaclorobutadieno	0,01	0,2	0,2	0,4
Hexaclorociclopentadieno	0,05	0,3	0,1	0,03
Hexacloroetano	0,3	0,2	0,1	0,14
Indeno(1,2,3-cd)pireno	0,5	1,2	1,2	1,0
Isoforona	0,4	0,6	0,4	0,3
2-Metilnaftaleno	0,4	0,7	0,7	1,7
2-Metilfenol	0,7	0,7	0,6	0,5
4-Metilfenol	0,6	1,0	0,3	0,7
Naftaleno	0,7	1,1	1	0,9
2-Nitroanilina	0,01	0,4	0,23	0,05
3-Nitroanilina	0,01	0,3	0,18	0,03
4-Nitroanilina	0,01	0,3	0,21	0,13
Nitrobenzeno	0,2	0,3	0,2	0,3
2-Nitrofenol	0,1	0,2	0,11	0,1
4-Nitrofenol	0,01	0,2	0,14	0,05
N-nitroso-di- <i>n</i> -propilamina	0,5	0,4	0,4	0,03
N-Nitrosodifenilamina	0,01	2,05	0,9	2,3
2,2'-Oxibis-(1-cloropropano)	0,01	0,45	0,54	0,03
Pentaclorofenol	0,05	0,18	0,1	0,1
Fenanreno	0,7	1,2	1,1	1,1
Fenol	0,8	0,9	0,7	0,3
Pireno	0,6	1,3	1,2	0,4
1,2,4,5-Tetraclorobenzeno	0,01	0,38	0,31	0,23
2,3,4,6-Tetraclorofenol	0,01	0,36	0,17	0,07
2,4,5-Triclorofenol	0,2	0,3	0,3	0,2
2,4,6-Triclorofenol	0,2	0,3	0,2	0,2

Como outro exemplo da retenção na faixa linear, a Figura 9 compara a faixa linear para nitrobenzeno com gás de arraste He (Figura 9A, superior) e gás de arraste H₂ com fonte Hydrolnert (Figura 9B, inferior). As porcentagens médias de RSD do RF são semelhantes entre os resultados da fonte He e H₂ + Hydrolnert, com 6,33% de RSD para He e 6,59% de RSD para gás de arraste H₂ e fonte Hydrolnert.

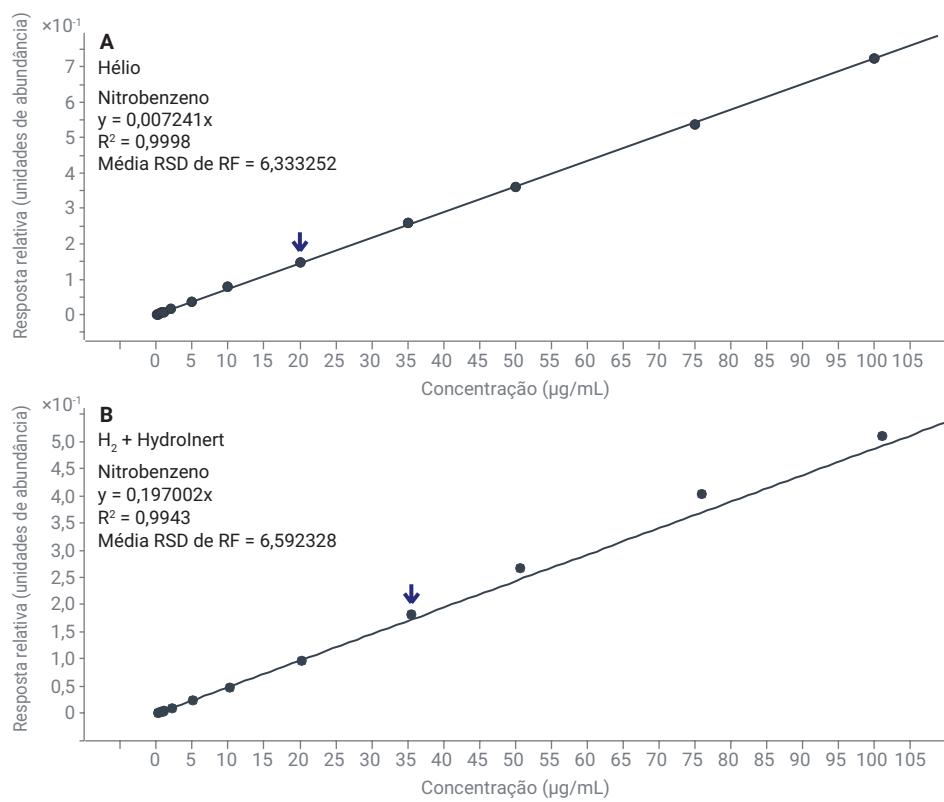


Figura 9. Faixa linear do nitrobenzeno (0,1 a 100 ng/µL) coletada em um sistema de GC/MS com gás de arraste (A) He e (B) H₂ com fonte Agilent Hydrolnert.

Os PAHs são uma classe de compostos que passaram a ser analisados com H_2 por GC/MS e GC/MS/MS, pois são hidrocarbonetos aromáticos muito estáveis.⁷ Eles também foram testados com a fonte Hydrolnert. Ao usar a fonte Hydrolnert com H_2 como gás de arraste, observou-se melhor formato e resolução de pico quando comparado a fonte de extração usando o mesmo método e condições de gás de arraste, conforme mostrado nas Figuras 10 e 11. Isso foi mais visível com os PAHs de eluição tardia, como benzo(b)fluoranteno, benzo(k)fluoranteno e benzo(g,h,i)períleno (Figura 11).

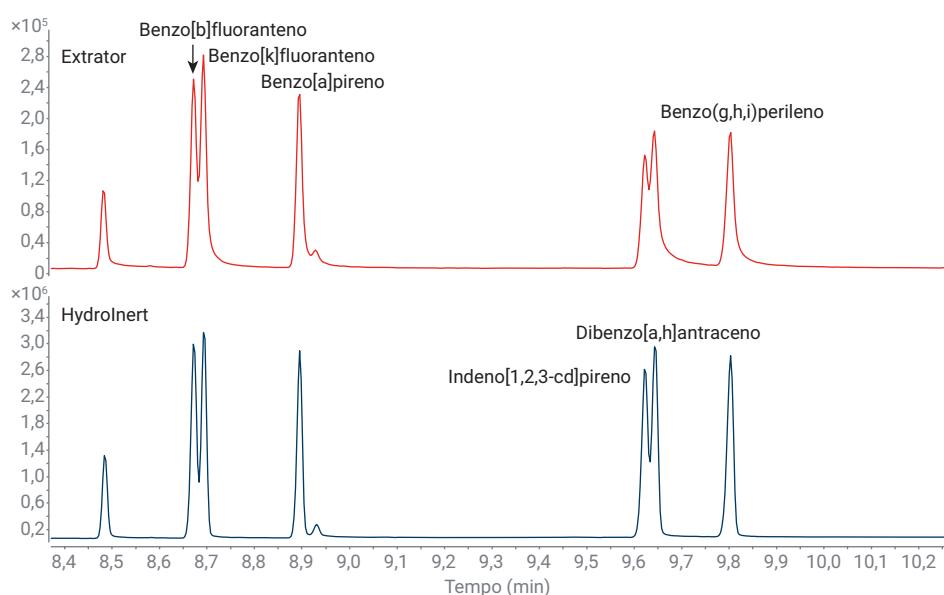


Figura 11. Ampliação da região com PAH de eluição tardia para comparação do formato e da resolução do pico desses compostos usando H_2 como gás de arraste com uma fonte de extração e uma fonte Agilent Hydrolnert a 50 ng/µL.

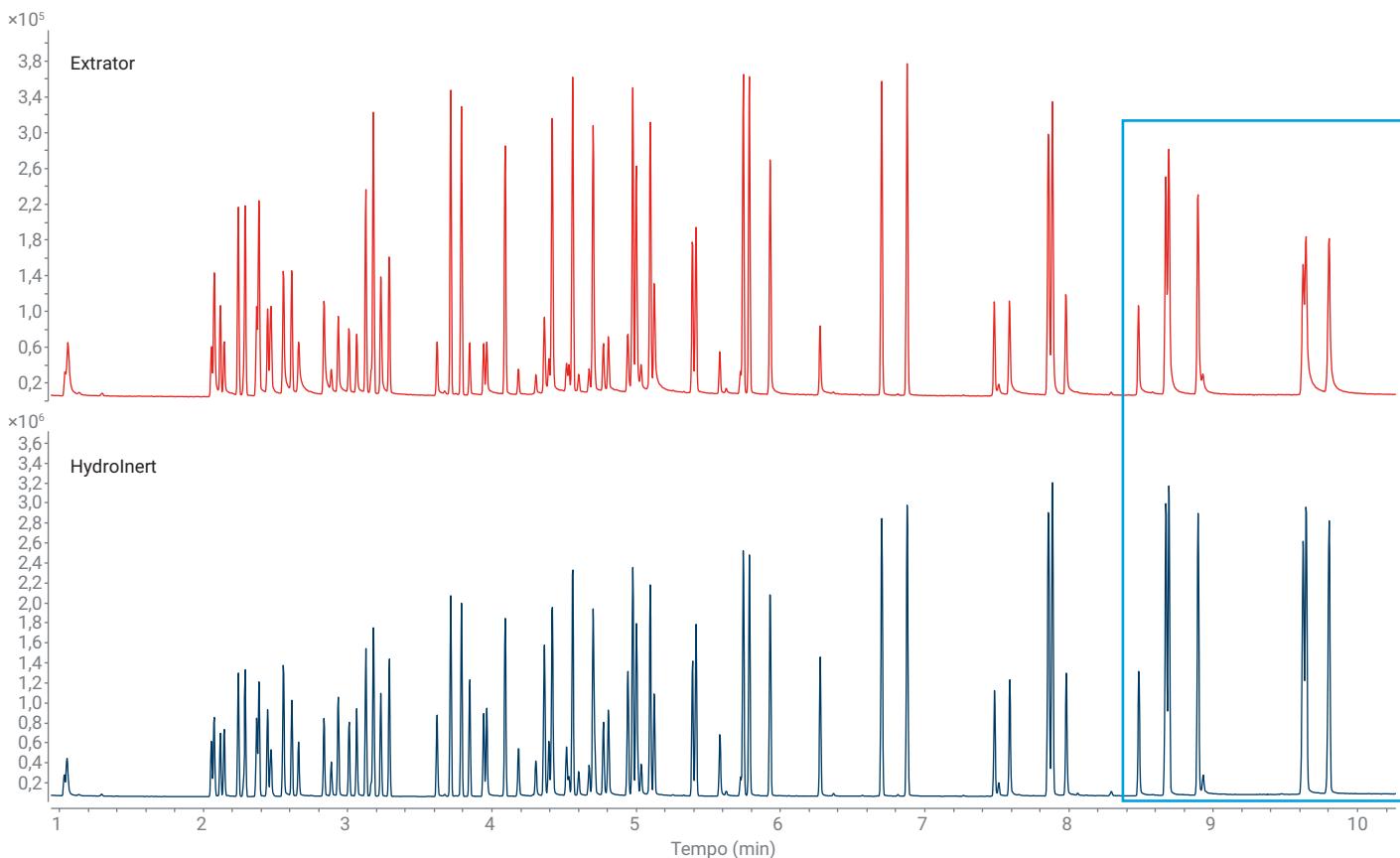


Figura 10. Comparação do formato e da resolução do pico para o gás de arraste H_2 com fonte de extração e fonte Agilent Hydrolnert para um conjunto de 68 analitos-alvo do método EPA 8270 a 50 ng/µL.

Análise de pesticidas

Para análise de pesticidas, uma configuração de backflush entre colunas em um GC 8890 e GC/MS 7000E triplo quadrupolo foi realizada com duas colunas de GC HP-5ms Ultra Inert de 20 m × 0,18 mm, 0,18 µm, conectadas por uma Purged Ultimate Union (PUU) Agilent, gás de arraste H₂ e fonte Hydrolnert. Este conjunto de colunas com gás de arraste H₂ permitiu o uso do banco de dados de monitoramento de reações múltiplas (MRM) de pesticidas e contaminantes ambientais (P&EP) Agilent para os tempos de retenção e transições de MRM, que foram originalmente coletadas em uma coluna de GC HP-5ms Ultra Inert 15 × 15 m (0,25 mm × 0,25 µm) com gás de arraste He. A configuração de 20 × 20 m foi feita com travamento do tempo de retenção. Vários conjuntos de padrões de pesticidas foram testados para avaliar os espectros de massas de várias classes de compostos que são normalmente observadas na análise de pesticidas, como compostos nitro e compostos fortemente clorados. Exemplos de pesticidas destas misturas incluem deltametrina, etalfluralina, fipronil, ciflutrina, permetrina, captano, paration, endrin e heptacloro. As misturas de pesticidas foram testadas com gás de arraste H₂ e fonte Inert Plus com lente de extração de 3 mm, que é a lente recomendada para análise de pesticidas em nível de traços com He, e usando uma fonte Hydrolnert com lente de extração de 9 mm. A primeira rodada de testes usou o modo de varredura na aquisição para entender os perfis de fragmentação para vários pesticidas com gás de arraste H₂, se houve mudança na abundância de íons ou identificação de novos íons produtos de hidrogenação em ambas as fontes. A etalfluralina contém dois grupos nitro e uma mudança nos íons mais abundantes pode ser visualizada mais claramente com a sobreposição dos cinco principais EICs; a comparação entre as fontes é mostrada na Figura 12. Os cinco íons de maior abundância para etalfluralina, do espectro de massas coletado com hélio, são *m/z* 55, 276, 56, 316 e 292.

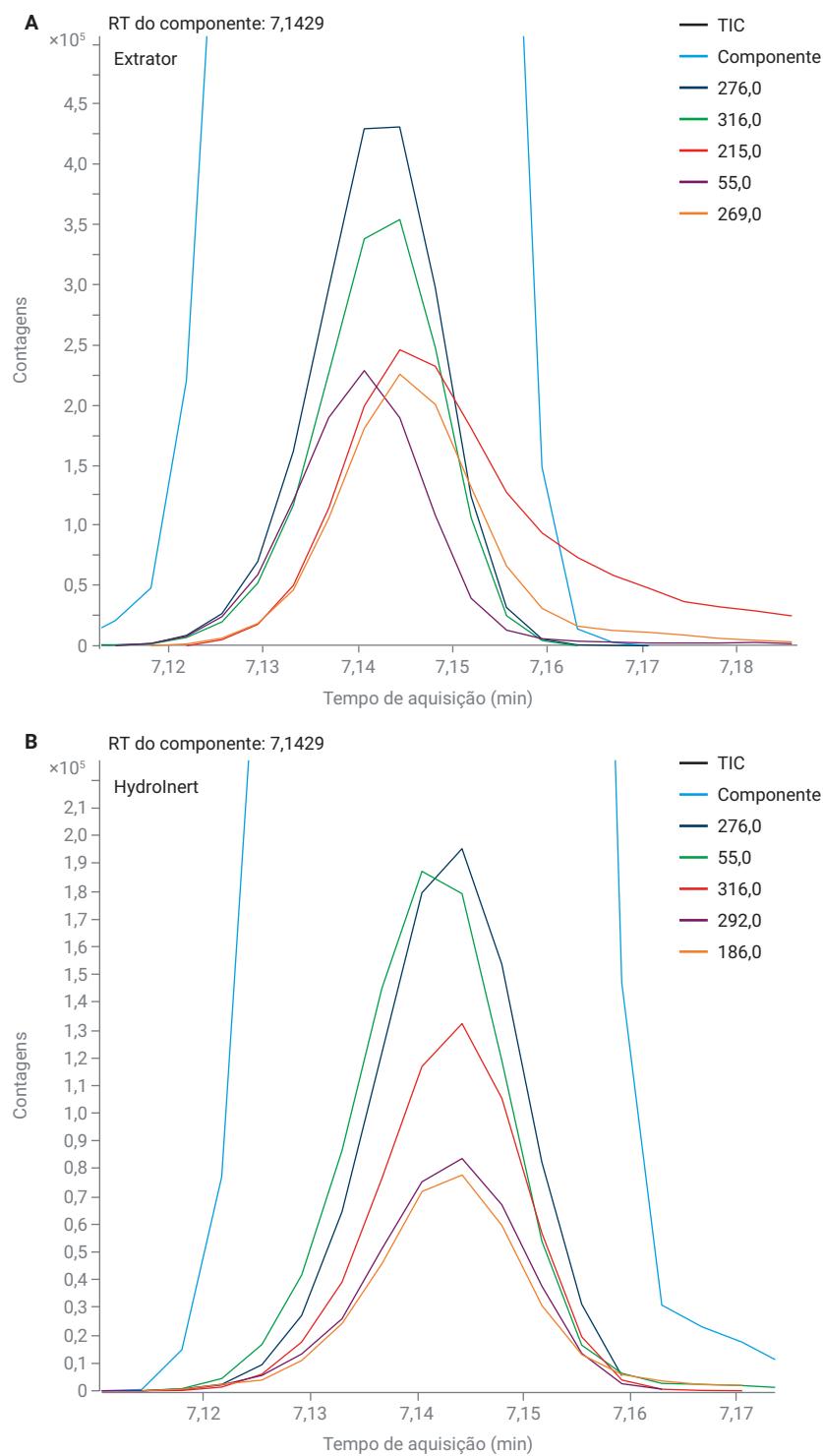


Figura 12. EICs dos cinco íons mais abundantes para etalfluralina com H₂ como gás de arraste e (A) fonte de extração com lente de extração de 3 mm e (B) fonte Agilent Hydrolnert com lente de extração de 9 mm.

Se os grupos nitro forem hidrogenados na fonte, o espectro de massas teria uma contribuição significativa de m/z 269, que não é um íon significativo no espectro de massas de referência com He. Para o gás de arraste H_2 com fonte de extração (Inert Plus), a Figura 12A mostra os cinco íons mais abundantes, que incluem m/z 269 e 215, e indicam hidrogenação na fonte; há também rearranjo dos íons mais abundantes, onde a m/z 55 é suprimido e passa a ser o quarto íon mais abundante, a m/z 316 apresenta aumento na classificação e observa-se a inclusão da m/z 215, que apresentaria uma contribuição baixa nos espectros normais de He. Comparativamente, a Figura 12B do mesmo experimento com a fonte Hydrolnert não contém a m/z 269 nos cinco íons mais abundantes, indicando que não há hidrogenação. A retenção da abundância esperada de íons com a fonte Hydrolnert na presença de H_2 permite que

os desenvolvedores de métodos usem as mesmas transições MRM ou íons de monitoramento seletivo de íons (SIM), exigindo menos tempo na transição para o gás de arraste hidrogênio. Outro exemplo de diferenças entre a fonte de extração e a fonte Hydrolnert com gás de arraste H_2 pode ser observado com deltametrina. A deltametrina é um dos compostos pesticidas com estrutura de ciano(4-fenoxifenil)metil-2,2-dimetilciclopropanocarboxilato; compostos desta classe possuem diferentes grupos funcionais após a estrutura do ciclopropano. Esses compostos também compartilham um ponto de quebra na ligação C–O do grupo éster, ao qual é associado um fragmento principal com m/z 209, uma estrutura de *m*-fenoxifenilacetonitrila. O fragmento de m/z 209 normalmente aparece no espectro de massas

da deltametrina, mas em menor abundância. Os resultados da aquisição de varredura para deltametrina foram revisados no software MassHunter Unknowns Analysis e, em alguns casos, a deltametrina não foi identificada no tempo de retenção típico de 18,17 minutos com a fonte de extração. Ao invés disso, foi identificada a *m*-fenoxifenilacetonitrila, como mostrado na Figura 13A, com grande abundância de m/z 209 e nenhuma abundância de íons na m/z 253. Em algumas outras análises com a fonte de extração, a deltametrina foi identificada (Figura 13B), mas com LMS próximo de 70 e grande abundância de m/z 209. Na Figura 13C, a deltametrina foi identificada com valores de LMS entre 91 e 94 e o espectro de massas após deconvolução é notavelmente semelhante ao espectro da biblioteca NIST (He) na parte inferior.

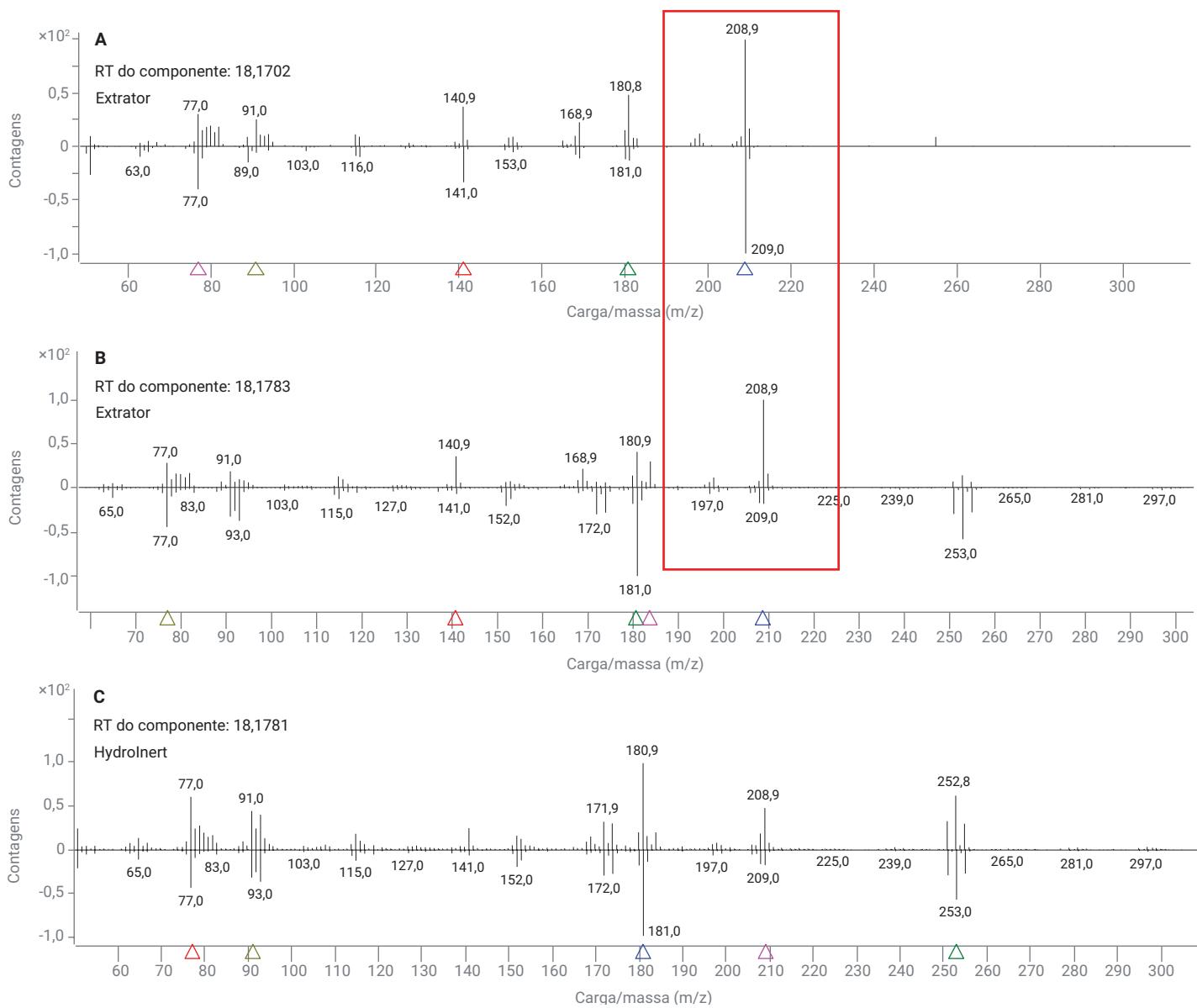


Figura 13. Comparação completa entre o espectro de massas após deconvolução (superior em cada subfigura) e o espectro de massas da biblioteca, NIST17.L (inferior em cada subfigura) para deltametria com H_2 como gás de arraste e (A) fonte de extração com lente de extração de 3 mm (corrida 1), (B) fonte de extração com lente de extração de 3 mm (corrida 2) e (C) fonte Agilent Hydrolnert com lente de extração de 9 mm.

Compostos orgânicos voláteis (VOCs)

Para VOCs, uma lente de extração Hydrolnert de 6 mm é recomendada, mas uma lente de extração Hydrolnert de 9 mm também pode ser uma opção. Foi desenvolvido um método para identificação e quantificação rápida de voláteis em níveis baixos ($\mu\text{g}/\text{L}$) em amostras de água. A combinação do amostrador headspace Agilent 8697, GC 8890 e GC/MSD 5977C, usando gás de arraste H_2 e a nova fonte Hydrolnert EI, oferece esse recurso para muitos voláteis na água. A abordagem com uso do headspace geralmente

fornecer uma alternativa simplificada para amostragem purge and trap, se permitido pelas normas locais. Os dados da Figura 14 foram obtidos no modo de varredura para verificação ampla com confirmação espectral, pois é possível medir níveis mais baixos com aquisição SIM de alvos selecionados. A identificação dos quatro trihalometanos e seus íons mais abundantes esperados demonstra a capacidade da fonte Hydrolnert de evitar a desalogenação na presença de gás de arraste H_2 . Além disso, a Tabela 6 mostra os LMSs da comparação dos espectros após deconvolução com a biblioteca NIST. As pontuações de correspondência de 80

ou mais indicam excelente retenção do padrão de fragmentação normal com o gás de arraste H_2 e fonte Hydrolnert, quando comparados aos espectros de massas da biblioteca NIST, que foram coletados com He.

Tabela 6. Pontuações da biblioteca NIST de hélio para trihalometanos selecionados de baixo nível ($\mu\text{g}/\text{L}$) analisados com H_2 como gás de arraste e fonte Agilent Hydrolnert.

	Tempo de retenção (minutos)	LMS NIST
Triclorometano	2,107	93
Bromodíclorometano	2,792	86
Dibromoclorometano	3,526	88
Tribromometano	4,267	80

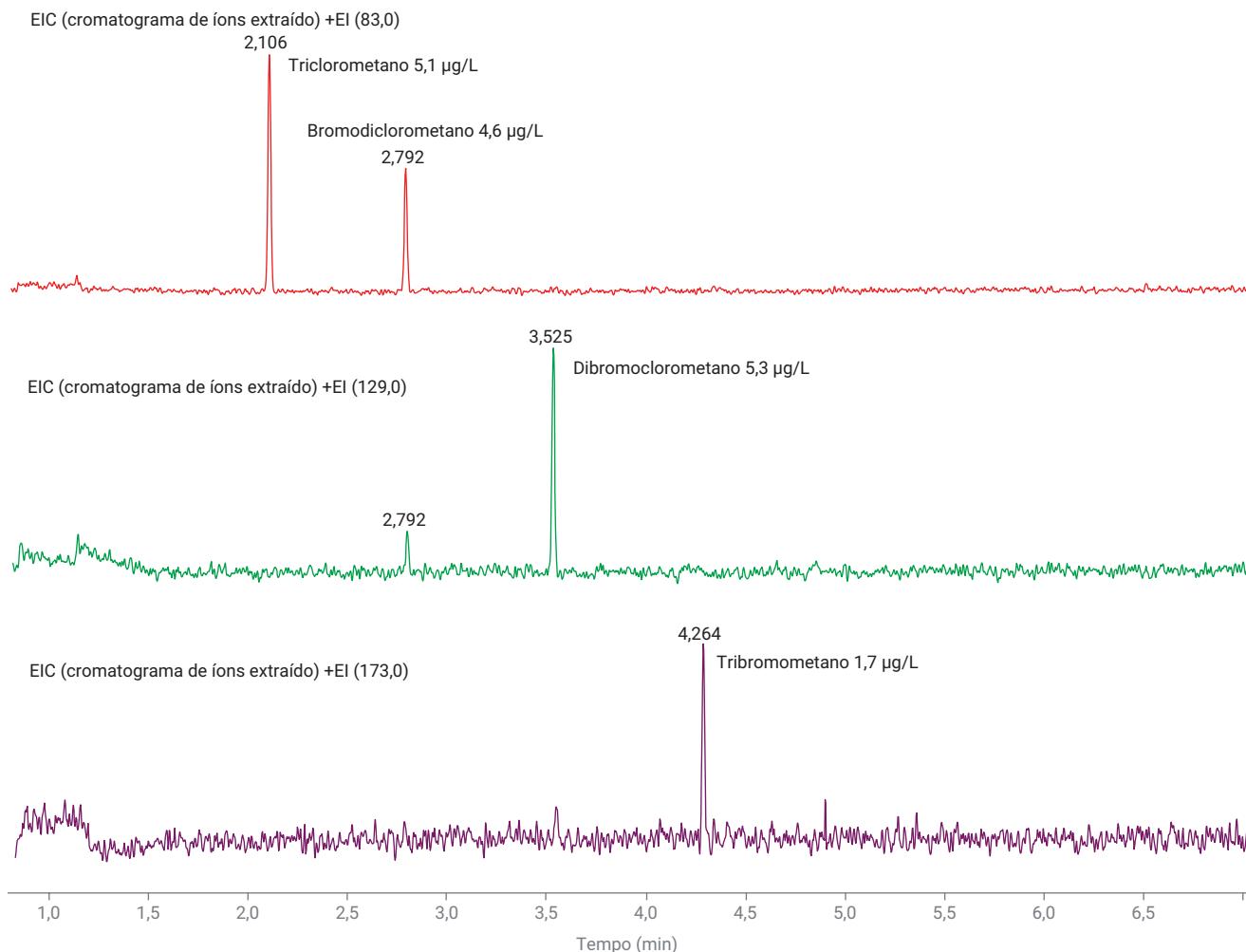


Figura 14. Cromatogramas de íons extraídos (EICs) para m/z 83, 129 e 173 com identificação e quantificação de quatro trihalometanos em um sistema HS/GC/MS headspace com H_2 como gás de arraste e fonte Agilent Hydrolnert.

Kits de atualização e conjunto completo da fonte Hydrolnert

A Figura 15 é um diagrama das peças que compõe a fonte Hydrolnert, com peças específicas da fonte Hydrolnert destacadas em roxo (peças 17, 12, 3, 4, 10 e 9, da esquerda para a direita da figura). Além disso, o item número 16, conjunto do bloco aquecedor da fonte, é especializado para a fonte Hydrolnert, e a gravação "H₂" na peça indica que a fonte Hydrolnert, compatível com o gás de arraste H₂, está instalada no espectrômetro de massas. Todas as outras peças do diagrama são as mesmas encontradas em uma fonte Inert Plus (ou de extração). A Tabela 7 contém as peças associadas a cada número na Figura 15. As peças 11, 13, 14 e 15 são inseridas na parte frontal do bloco aquecedor e não são mostradas individualmente nesta figura.

O conjunto completo da fonte Hydrolnert (part number G7078-67930) e o kit de atualização de GC/MSD Hydrolnert (part number 5505-0083) para o GC/MSD Agilent 5977A com fonte de extração e o GC/MSD Agilent 5977B Inert Plus estão disponíveis. O conjunto da fonte totalmente montada está pronta para instalação no espectrômetro de massas sem precisar trocar peças de uma fonte existente, o que seria necessário com o kit de atualização de GC/MSD Hydrolnert. Todas as peças listadas na Tabela 8 estão incluídas no kit de atualização de GC/MSD Hydrolnert. A fonte Hydrolnert não é compatível com modelos mais antigos de espectrometria de massas, como o GC/MSD Agilent série 5975, nem com fontes de aço inoxidável ou inertes.

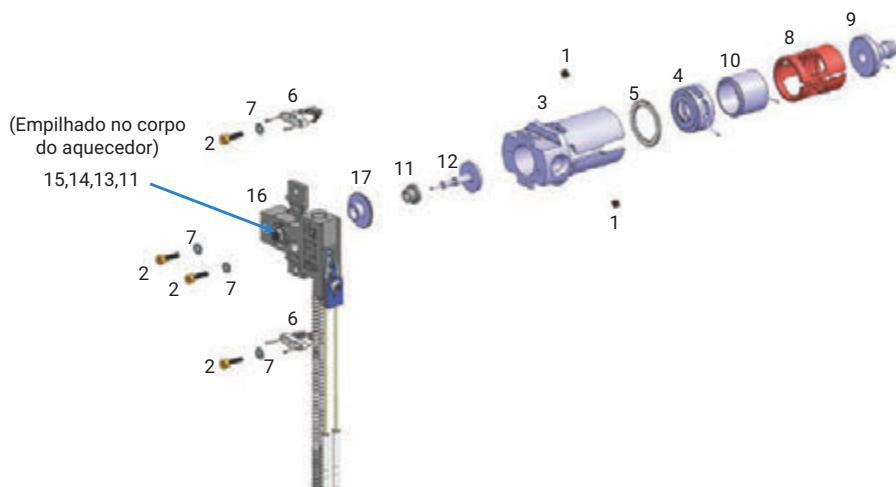


Figura 15. Peças que compõem uma fonte Hydrolnert Agilent montada.

Tabela 7. Lista de peças da fonte Agilent Hydrolnert totalmente montada para um sistema de GC/MS Agilent Inert Plus.

Número do item (Figura 15)	Nomes da peça	Part Number
1	Parafusos de ajuste	G3870-20446
2	Parafusos	G3870-20021
3	Corpo da fonte de extração*	G7078-20903
4	Lente extratora – 9 mm*	G7078-20909
5	Isolante de lente do extrator	G3870-20445
6	Filamento	G7005-60061
7	Arruela de pressão Arruela plana	3050-1301 3050-0982
8	Isolante de lente	G3870-20530
9	Lente de entrada*	G7078-20904
10	Lente de enfoque iônico*	G7078-20905
11	Isolante do repeller	G1099-20133
12	Repeller*	G7078-20902
13	Arruela plana	3050-0891
14	Arruela de pressão Belleville	3050-1301
15	Porca do repeller	0535-0071
16	Conjunto do aquecedor/sensor de H ₂ EI*	G7078-60910
17	Insert*	G7078-20901

* Peças específicas para Hydrolnert.

O conjunto completo da fonte Hydrolnert (part number G7006-67930) e o kit de atualização de GC/MS triplo quadrupolo Hydrolnert (part number 5505-0084) para sistemas GC/MS Agilent 7000C/D triplo quadrupolo estão disponíveis.

Todas as peças listadas na Tabela 9 estão incluídas no kit de atualização de GC/MS triplo quadrupolo Hydrolnert. Se um usuário já possuir um GC/MS triplo quadrupolo 7000C ou 7000D Inert Plus, pode ser adquirido um kit de atualização de GC/MS triplo quadrupolo Hydrolnert, que inclui as peças do espectrômetro de massas Hydrolnert indicadas na Figura 15, exceto a lente de entrada, que é estendida e projetada especificamente para os sistemas quadrupolo tandem.

Se várias fontes forem armazenadas no laboratório, as peças Hydrolnert devem ser armazenadas separadamente e mantidas com o conjunto do aquecedor/sensor de H₂ para facilitar a identificação de que uma fonte compatível com H₂ (Hydrolnert) está instalada no sistema MS. Além disso, as peças para o triplo quadrupolo devem ser mantidas separadas das peças do quadrupolo simples, pois as lentes de entrada têm comprimentos diferentes e não devem ser trocadas.

Tabela 8. Kit de atualização de GC/MSD Agilent Hydrolnert para o GC/MSD Agilent 5977A com fonte de extração, GC/MSD Agilent 5977B Inert Plus ou GC/MSD Agilent 5977C, com part numbers e número do item indicados na Figura 15.

Número do item (Figura 15)	Nomes da peça	Part Number
NA	Atualização de GC/MSD Hydrolnert	5505-0083
17	Insert*	G7078-20901
12	Repeller*	G7078-20902
3	Corpo da fonte de extração*	G7078-20903
9	Lente de entrada*	G7078-20904
10	Lente de enfoque iônico*	G7078-20905
4	Lente extratora – 9 mm*	G7078-20909
16	Conjunto do aquecedor/sensor de H ₂ EI*	G7078-60910
NA	Cabos, lente extratora	G7000-60827
11	Isolante do repeller (x2)	G1099-20133

* Peças específicas para Hydrolnert.

Tabela 9. Kit de atualização de GC/MS triplo quadrupolo Agilent Hydrolnert para espectrômetros de massas Agilent 7000C/D/E triplo quadrupolo, com part numbers e números do item indicados na Figura 15.

Número do item (Figura 15)	Nomes da peça	Part Number
NA	Atualização de GC/TQ Hydrolnert	5505-0084
17	Insert*	G7078-20901
12	Repeller*	G7078-20902
3	Corpo da fonte de extração*	G7078-20903
9**	Lente de entrada – estendida*.*.**	G7006-60926
10	Lente de enfoque iônico*	G7078-20905
4	Lente extratora – 9 mm*	G7078-20909
16	Conjunto do aquecedor/sensor de H ₂ EI*	G7078-60910
NA	Cabos, lente extratora	G7000-60827
11	Isolante do repeller (x2)	G1099-20133

* Peças específicas para Hydrolnert.

** A lente de entrada estendida para o sistema MS/MS Hydrolnert é mais longa que a lente de entrada de um sistema MS de quadrupolo simples.

Conclusão

A fonte Agilent Hydrolnert com gás de arraste H₂ oferece uma alternativa mais sustentável ao He e ajuda a melhorar o desempenho do uso de H₂ como gás de arraste em análises de GC/MS e GC/MS/MS. A nova fonte vem totalmente montada ou como parte de um kit de atualização para sistemas de GC/MS e GC/MS/MS existentes. Em termos de desempenho, a fonte Hydrolnert mantém a fidelidade do espectro de massas e permite que os usuários continuem usando as bibliotecas existentes de espectros de massas coletados com hélio.

Referências

1. Agilent EI GC/MS Instrument Helium to Hydrogen Carrier Gas Conversion, *Guia de usuário Agilent Technologies*, número de publicação 5994-2312EN, **2020**.
2. Quimby, B. et al. In-Situ Conditioning in Mass Spectrometer Systems, *US Patent 8.378.293*, 19 de fevereiro, **2013**.
3. Semivolatile Organic Compounds by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS); Method 8270D. *United Stated Environmental Protection Agency*, Revisão 4, fevereiro de **2007**.
4. Semivolatile Organic Compounds by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS); Method 8270E. *United Stated Environmental Protection Agency*, Revisão 4, junho de **2018**.
5. Churley, M.; Quimby, B.; Andrianova, A. A Fast Method for EPA 8270 in MRM Mode Using the 7000 Series Triple Quadrupole GC/MS, nota de aplicação Agilent Technologies, número de publicação 5994-0691EN, **2019**.
6. Smith Henry, A. Análise de compostos orgânicos semivoláteis com liner de frita sinterizada Agilent por Cromatografia gasosa/ Espectrometria de massas, nota de aplicação Agilent Technologies, número de publicação 5994-0953PTBR, **2019**.
7. Andrianova, A.; Quimby, B. Optimized PAH Analysis Using Triple Quadrupole GC/MS with Hydrogen Carrier, nota de aplicação Agilent Technologies, número de publicação 5994-2192EN, **2020**.

www.agilent.com

DE97431848

Estas informações estão sujeitas a alterações sem aviso prévio.

© Agilent Technologies, Inc. 2022
Impresso nos EUA, 21 de junho de 2022
5994-4889PTBR