
Die schnelle GC und GCMS ohne Auflösungsverlust: Prinzip und Anwendungen aus der Praxis

Dr. Hans-Ulrich Baier
Shimadzu Deutschland GmbH, hub@shimadzu.de

Schnelle (fast GC) Methoden werden in den letzten Jahren in den unterschiedlichsten Gebieten angewendet. Dabei wird der Begriff „fast“ durchaus unterschiedlich verstanden. In diesem Beitrag wird das Prinzip der fast GC und GCMS bei Verwendung von Säulen mit kleinem Innendurchmesser (Narrow Bore Columns) diskutiert und an verschiedenen Beispielen (Lebensmittelanalytik, Allergene,...) demonstriert. Dieser Ansatz zeichnet sich jedoch dadurch aus die Auflösung beizubehalten und dennoch bis zu einem Faktor von etwa 10 die Analysezeit zu reduzieren. Da für typische Phasenverhältnisse von 250 die Bodenhöhe durch den Innendurchmesser der Säule gegeben wird bedeutet eine Reduktion des Innendurchmessers (ID) auf etwa 0.1 mm eine drastischer Gewinn an Bodenzahl. Daher sind typische Säulendimensionen dieses Ansatzes 10m, 0.1 mm ID, und haben je nach Applikation eine Filmdicke von 0.1 bis 0.4 μm . Durch diese Säulenteknologie werden weitreichende Anforderungen an die Geräte gestellt: 1. Die Aufnahmekapazität dieser Säulen ist geringer daher muss der GC je nach Probe ein relativ grosses Splitverhältnis anbieten können. 2. Da die Bodenzahl gross ist kann mit grossen linearen Heizraten gearbeitet werden. 3. Die Bodenhöhe und damit auch die Auflösung ist abhängig von der mittleren linearen Trägergasgeschwindigkeit. Daher sollte der GC bei einem Temperaturprogramm automatisch ein Druckprogramm kalkulieren um diese konstant zu halten („constant linear velocity mode“). 4. Der benötigte Kopfdruckbereich ist bei Säulen mit 0.1 mm ID deutlich grösser als bei Standardsäulen und kann bis zu 10 bar betragen. 5. Detektion: Da die Peaks bei der fast GC und der GCMS vergleichsweise geringe Halbwertsbreiten (FWHM) haben, die typisch bei 0.5 s und darunter liegen (etwa 3 s und mehr in der Standard GC) müssen die Detektoren das Signal schnell genug nachführen können. In der GC bedeutet das sowohl geringe Totvolumina als auch in Bezug auf die Elektronik eine anpassbare Filterzeitkonstante (min 4ms) und eine ausreichende Datenaufnahmerate (ideal bis zu 250 Hz für alle Detektoren) um eine genügende Anzahl an Datenpunkten zu liefern [1].

In Bezug auf Quadrupol GCMS bedeutet dies zweierlei. Für den „Scan Mode“ muss die Scan-Geschwindigkeit gross sein (10000 amu/s) damit die Spektrenqualität gewährleistet ist um eine gute Identifikation zu erzielen und weiterhin muss wie beim GC-Detektor die Datenaufnahmerate, die hier der Anzahl an Spektren pro Sekunde entspricht, ausreichend sein. Der derzeit höchste erreichbare Wert hier ist 50 Scan/s und reicht damit für die meisten fast GCMS Applikationen aus.

[1] J. V. Hinshaw: LCGC (2002) vol 15 p 152