

Afd. OCON 1985-03-27
RAPPORT 85.29 Pr.nr. 505.0070
Onderwerp: De herhaalbaarheid van het
massaspectrum van hexa-
chloorbenzeen

Verzendlijst: directeur, sektorhoofden, directie VKA, afd. OCON (4x),
medewerkers, Projektbeheer, Projektleider (Traag), cir-
culatie.

Projekt: Ontwikkeling methoden voor het verrichten van identificaties
cq. confirmaties

Onderwerp: De herhaalbaarheid van het massaspectrum van hexachloor-
benzeen

Doel:

In verband met de betrouwbaarheid van massaspectrometrische confir-
maties is het van belang om de herhaalbaarheid van massaspectro-
metrische resultaten te bepalen.

Gekozen is voor de bepaling van een aantal chloor isotopen van het
molecuulion van hexachloorbenzeen (HCB).

Samenvatting:

Van hexachloorbenzeen zijn de relatieve intensiteiten van een aantal
chloor isotopen te weten M/z 282, 286, 288 ten opzichte van het mole-
cuulion (M^+ = 284) gemeten.

In de instantie is de meting 10 maal op één dag uitgevoerd waarbij één
en dezelfde instelling is gebruikt. Ook is nagegaan wat de herhaal-
baarheid op langere termijn is, waarbij telkens met verschillende
calibratie tabellen is gemeten.

Conclusie:

De herhaalbaarheid van de massaspectra is voor zowel de meting binnen
één dag als wel voor de metingen verspreid over twee maanden uitge-
voerd zeer goed.

De variatiecoëfficiënt van de relatieve intensiteit bedraagt voor de
meting binnen één dag 2,6 - 0,6 en 0,8% voor resp. M/z 282, 286 en
288. Voor de metingen uitgevoerd over een langere periode bedraagt de
VC van de relatieve intensiteit 4,3 - 3,5 en 5,7% voor resp. M/z 282,
286 en 288.

Verantwoordelijk: ir L.G.M.Th. Tuinstra *Jo*

Medewerkers/Samenstellers: ing. P.G.M. Kienhuis, W.A. Traag *W.A.*

Projectleider: W.A. Traag *W.A.*

Inleiding

Bij massaspectrometrische analyses is het van groot belang dat de opgenomen spectra een zo goed mogelijke herhaalbaarheid vertonen, zeker voor confirmatie doeleinden. Immers steeds vindt de interpretatie van de meetgegevens plaats door vergelijk met referentiespectra welke verkregen zijn door b.v. uit analyse van standaarden.

In de werkgroep kwantitatieve massaspectrometrie is de herhaalbaarheid van spectra een regelmatig terugkerend punt van discussie.

Afgesproken werd dan ook dat door de leden van de werkgroep de herhaalbaarheid van het chloor isotopencluster van het molecuulion van hexachloorbenzeen (HCB) bepaald zou worden.

Experimenten

De herhaalbaarheid van het chloor isotopencluster van het molecuulion van HCB is in 1e instantie op één dag bepaald door 10 maal een HCB standaard te analyseren zonder de calibratie aan te passen.

Aansluitend is gedurende een periode van ongeveer 2 maanden regelmatig (wanneer mogelijk dagelijks) een standaard geanalyseerd, waarbij de calibratie regelmatig werd aangepast.

Daar ons systeem voorzien is van twee kolommen zijn de analyses telkens op beide kolommen uitgevoerd.

Analyseomstandigheden

Kolom 1:

Fused silica: CP-Sil 19 CB: lengte 25 meter

∅ i.d. 0,22 mm

df 0,22 µm

Kolom 2:

Fused-silica: CP-Sil 5 CB : lengte 25 meter

∅ i.d. 0,22 mm

dF 0,12 µm

Temperatuur:

Oven : 80° (4 min) --> 260°C rate 15°/min.

Injector : 240°C.

Interface: 260°C.

Multiplifier 1400-1500 Volt: Electron-energy 70 eV; emmissie current
200 mA.

Scanbereik 100-400 : scantijd 0,75 s.

Resultaten

In tabel I zijn de resultaten gegeven van 10 analyses uitgevoerd op één dag.

In tabel II zijn de resultaten gegeven van 37 analyses verspreid over 2 maanden uitgevoerd.

Conclusie:

De herhaalbaarheid van de massaspectra is voor zowel de meting binnen één dag als wel voor de metingen verspreid over twee maanden uitgevoerd zeer goed.

De variatiecoëfficiënt van de relatieve intensiteit bedraagt voor de meting binnen één dag 2,6 - 0,6 en 0,8% voor resp. M/z 282, 286 en 288. Voor de metingen uitgevoerd over een langere periode bedraagt de VC van de relatieve intensiteit 4,3 - 3,5 en 5,7% voor resp. M/z 282, 286 en 288.

Tabel 1 Herhaalbaarheid HCB spectrum resultaten verkregen op één dag

Sample nummer	Scan nummer	Relatieve int. % M/z				Int. 284
		282	284	286	288	
1	1020	53,16	100	79,60	34,24	66816
2	1020	52,87	100	79,81	33,89	69120
3	1021	53,12	100	80,35	34,29	62528
4	1021	53,51	100	79,88	34,39	54720
5	1021	52,87	100	80,11	33,67	60160
6	1020	56,47	100	80,20	33,96	57856
7	1021	53,40	100	79,92	34,47	61184
8	1020	55,70	100	79,96	34,27	57792
9	1020	53,78	100	80,31	33,95	50048
10	1020	51,81	100	78,75	33,84	58432
\bar{x}		53,669		79,889	34,097	
s		1,389		0,4629	0,2675	
VC		2,59%		0,58%	0,78%	

Tabel 2 Reproduceerbaarheid HCB spectrum van dag tot dag

	Relatieve int. % M/z				Int. 284 M/z
	282	284	286	288	
52,9	100	80,5	34,2	27,584	
52,3	100	81,0	34,1	18,816	
52,0	100	78,9	33,0	19,904	
53,3	100	78,5	34,0	15,792	
53,2	100	80,2	33,9	94,208	
52,4	100	79,5	33,6	105,600	
52,7	100	78,1	33,1	22,304	
52,8	100	79,9	33,9	71,680	
52,7	100	79,8	33,7	48,768	
52,6	100	79,8	34,3	60,608	
57,6	100	79,6	33,9	46,336	
53,2	100	80,5	34,4	38,144	
61,0	100	79,6	33,6	19,616	
59,1	100	76,7	37,4	73,728	
54,6	100	86,2	38,3	156,160	
55,7	100	81,2	36,7	56,832	
53,5	100	80,1	34,9	41,088	
53,5	100	80,5	34,4	40,128	
52,9	100	85,0	34,1	89,728	
52,4	100	85,0	33,8	61,056	
52,2	100	84,1	37,1	55,488	
50,3	100	81,1	32,6	45,632	
52,2	100	77,4	37,4	95,232	
52,3	100	77,8	33,0	48,448	
52,5	100	80,2	34,2	45,568	
56,4	100	80,4	34,2	20,416	
57,0	100	82,1	37,0	48,128	
55,1	100	87,6	36,6	15,888	
55,0	100	80,0	38,8	69,888	
55,3	100	73,7	32,3	26,240	
51,5	100	84,2	37,7	64,320	
54,4	100	78,6	31,5	78,208	
51,3	100	77,4	33,1	123,008	
51,2	100	78,1	38,2	64,640	
51,9	100	78,4	37,8	98,816	
52,3	100	83,4	37,3	54,272	
50,7	100	78,3	33,4	48,640	
gem.	53,57	80,36	34,91		
st.dev.	2,306	2,813	1,976		
VC	4,31%	3,50%	5,66%		