



Colonnes LC PFAS : quelles phases, quelles dimensions et quels types de particules sont les meilleurs ?

Si vous travaillez dans un laboratoire analysant quotidiennement les PFAS («per- and polyfluoroalkyl substances », c'est-à-dire les perfluoroalkyles et polyfluoroalkyles), vous connaissez l'intérêt grandissant pour ces substances à mesure que nous comprenons mieux leur omniprésence, leur persistance et les risques sanitaires potentiels qui leur sont associés. En conséquence de cet intérêt grandissant, le besoin d'analyses rapides, exactes et précises grandit donc lui aussi. Cela nécessite le développement de méthodes plus fiables et plus robustes, et le choix de la colonne LC est la base permettant de construire une meilleure approche. Dans cet article, nous allons examiner les propriétés importantes à prendre en compte lors du choix d'une colonne LC pour l'analyse des PFAS.

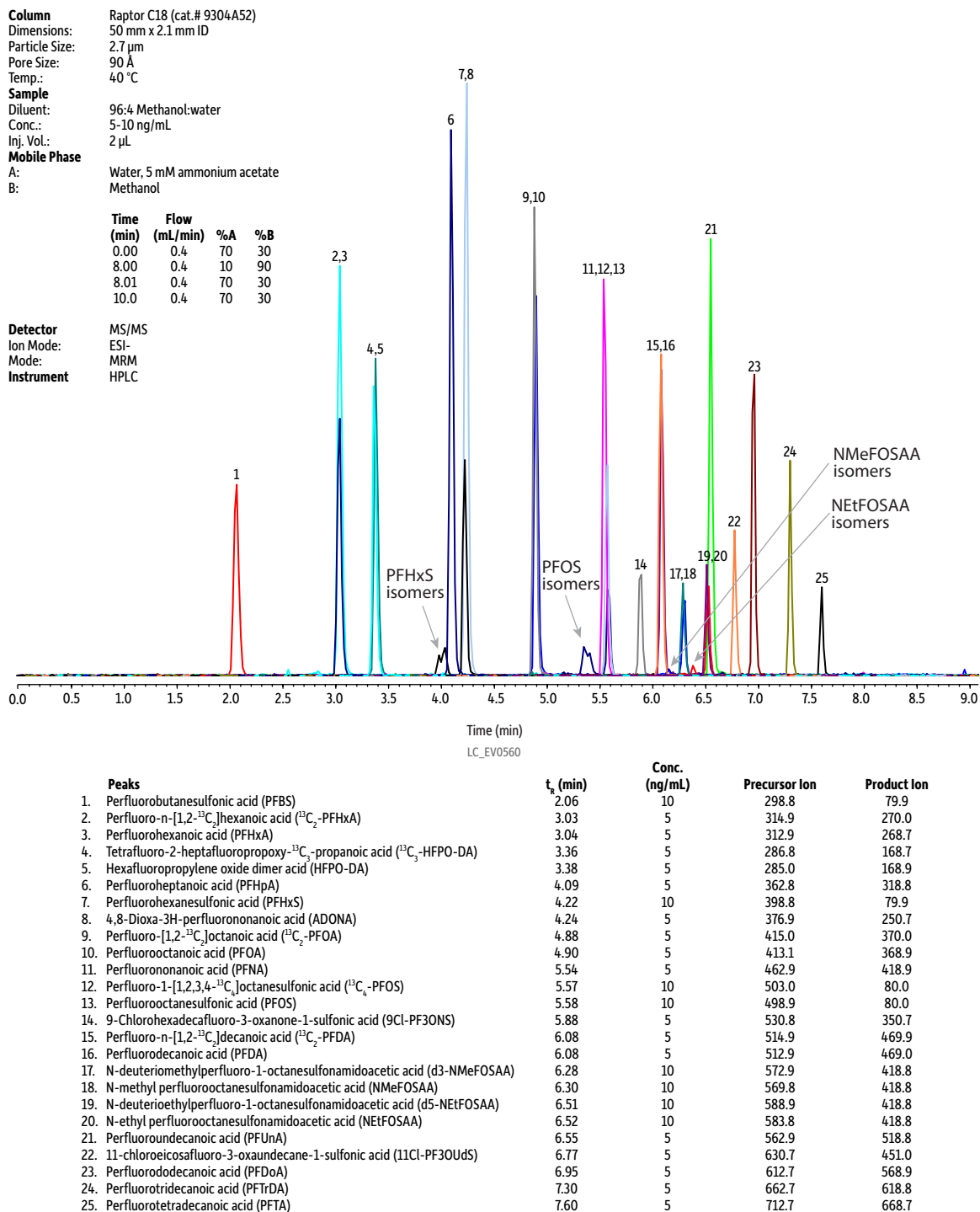
Choix de la phase stationnaire

La première décision à prendre pour déterminer la colonne LC à utiliser pour l'analyse des PFAS est le choix d'une phase stationnaire efficace.

Des chaînes ultra-courtes aux chaînes plus longues

Nous avons testé différentes chimies de phase en vue de l'analyse des PFAS à chaîne courte (C4-C6) et à chaîne longue, et la phase C18 est apparue comme le meilleur choix. Plus la chaîne alkyle des molécules de PFAS est longue, plus les interactions (hydrophobes) entre ces chaînes et le ligand C18 sont nombreuses, ce qui va augmenter la rétention des molécules, et donc, leur résolution. La rétention est suffisante pour permettre d'utiliser une colonne relativement courte et obtenir une séparation rapide et efficace des analytes cibles. L'exemple présenté en Figure 1 montre qu'une colonne Raptor C18 de 50 x 2,1 mm sépare facilement les composés d'intérêt, tout en respectant les critères de la méthode EPA 537.1 pour les analyses sur l'eau potable, et ce en moins de 8 minutes (temps d'analyse total de 10 minutes).

Figure 1 : Une colonne Raptor C18 de 50 x 2,1 mm est un excellent choix de colonne LC pour l'analyse des PFAS : elle respecte tous les critères de la méthode EPA 537.1 sur un cycle d'analyse total de 10 minutes.



PFAS à chaîne ultra-courte

Lorsque les PFAS en C8 ont été interdits, d'autres composés avec des chaînes alkyles plus courtes ont été adoptés dans le commerce. Et comme la liste des PFAS à surveiller s'allonge, les composés présentant des chaînes inférieures à 4 atomes de carbone (chaînes ultra courtes en C2 et C3) attirent désormais davantage l'attention. L'influence de la tête polaire de ces composés augmente à mesure que la longueur de la chaîne carbonée diminue, ce qui a pour conséquence de diminuer la rétention sur une colonne C18 dont le mécanisme de rétention principal est basé sur les interactions hydrophobes.

Pour les composés PFAS en C3 comme l'acide perfluoropropanoïque (PFPrA) et l'acide perfluoropropane sulfonique (PFPrS), la phase C18 peut tout de même être utilisée en choisissant une colonne aux dimensions appropriées. Dans la figure 2, par exemple, une colonne Raptor C18 de 100 x 3 mm offre d'excellentes performances, séparant les PFAS à chaîne ultra courte lors d'une analyse rapide de 11 minutes.

Figure 2 : La phase stationnaire Raptor C18 sépare efficacement les PFAS à chaîne courte mais les dimensions de la colonne doivent être augmentées afin de garantir une rétention adéquate.

Column Raptor C18 (cat.# 9304A1E)

Dimensions: 100 mm x 3 mm ID

Particle Size: 2.7 µm

Guard Column: 90 Å

Temp.: 40 °C

Sample

Conc.: 80 ppt

Inj. Vol.: 10 µL

Mobile Phase

A: Water, 5 mM ammonium acetate

B: Methanol

Time (min)	Flow (mL/min)	%A	%B
0.00	0.25	80	20
7.00	0.25	5	95
9.00	0.25	5	95
9.01	0.25	80	20
11.0	0.25	80	20

Detector MS/MS

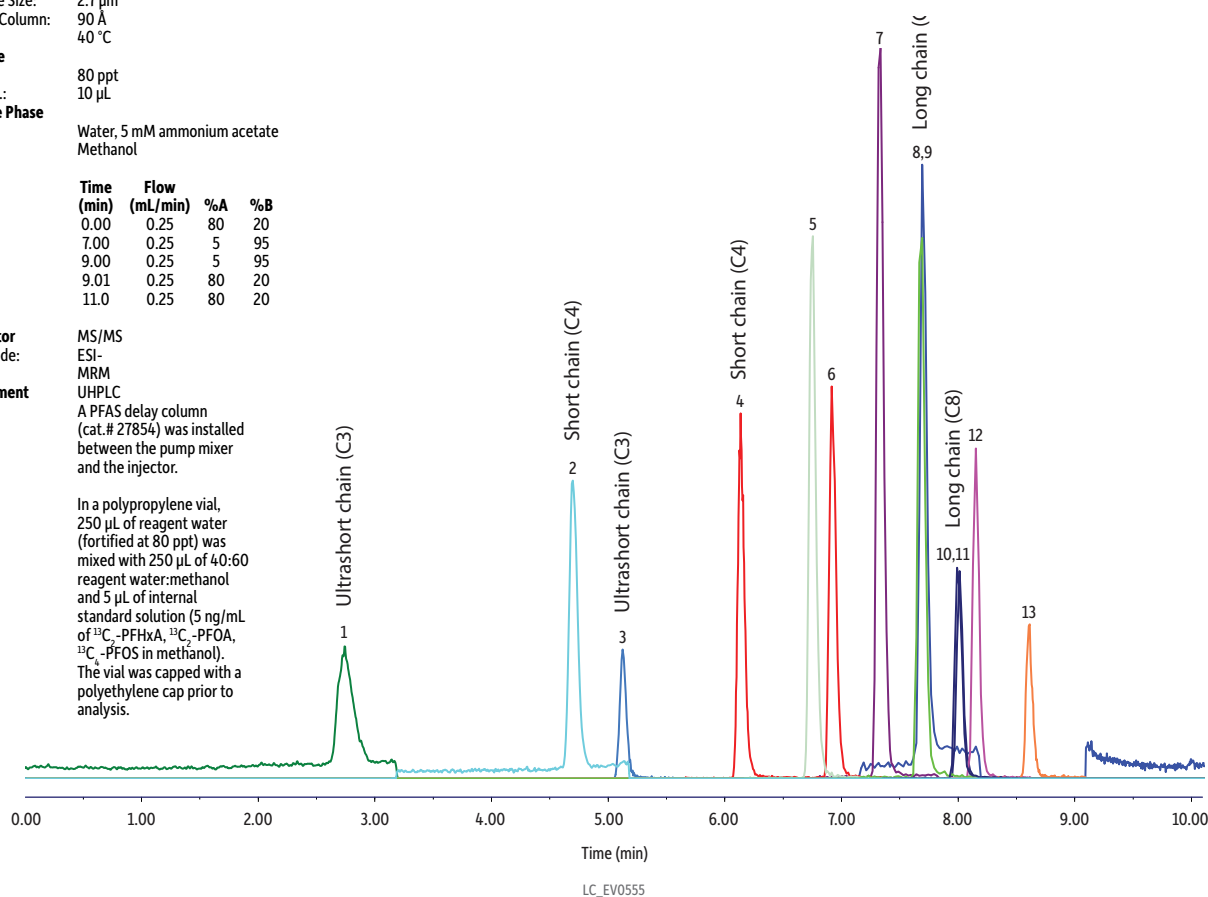
Ion Mode: ESI-

Mode: MRM

Instrument UHPLC

Notes A PFAS delay column (cat.# 27854) was installed between the pump mixer and the injector.

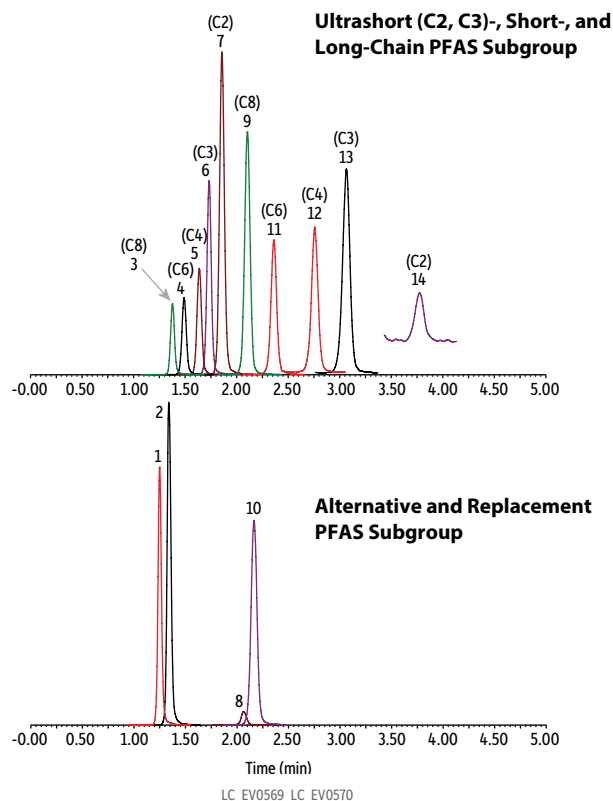
In a polypropylene vial, 250 µL of reagent water (fortified at 80 ppt) was mixed with 250 µL of 40:60 reagent water:methanol and 5 µL of internal standard solution (5 ng/mL of ¹³C₂-PFHxA, ¹³C₂-PFOA, ¹³C₄-PFOS in methanol). The vial was capped with a polyethylene cap prior to analysis.



Peaks	t _r (min)	Conc. (ng/L)	Precursor Ion	Product Ion
1. Perfluoropropanoic acid (PFPrA)	2.74	80	162.9	119.0
2. Perfluorobutanoic acid (PFBA)	4.69	80	212.8	169.0
3. Perfluoropropanesulfonic acid (PFPrS)	5.13	80	248.8	79.6
4. Perfluorobutanesulfonic acid (PFBS)	6.14	80	298.8	79.9
5. Perfluoro- <i>n</i> -[1,2- ¹³ C ₂]hexanoic acid (¹³ C ₂ -PFHxA)	6.75	50	314.9	270.0
6. Hexafluoropropylene oxide-dimer acid (HFPO-DA)	6.92	80	285.0	168.9
7. Ammonium 4,8-dioxo-3H-perfluorononanoate (ADONA)	7.33	80	376.9	250.7
8. Perfluorooctanoic acid (PFOA)	7.70	80	413.1	368.9
9. Perfluoro-[1,2- ¹³ C ₂]octanoic acid (¹³ C ₂ -PFOA)	7.70	50	415.0	370.0
10. Perfluorooctanesulfonic acid (PFOS)	8.01	80	498.8	80.0
11. Perfluoro-[1,2,3,4- ¹³ C ₄]octanesulfonic acid (¹³ C ₄ -PFOS)	8.01	50	503.0	80.0
12. 9-Chlorohexadecafluoro-3-oxanonane-1-sulfonate (9Cl-PF3ONS)	8.15	80	530.8	350.7
13. 11-Chloroeicosafluoro-3-oxanonane-1-sulfonate (11Cl-PF30UdS)	8.61	80	630.7	451.0

Si les PFAS en C2 (comme par exemple l'acide trifluoroacétique) finissent par figurer sur la liste de composés sous surveillance, le choix d'une chimie de phase alternative, ciblant le groupement polaire de la molécule, sera probablement nécessaire. Passer d'une colonne C18 avec ses interactions principales hydrophobes à une colonne Raptor Polar X - dont la chimie de phase stationnaire permet de travailler à la fois en mode HILIC et/ou en mode Échange Ionique - permettra de retenir ces PFAS à chaînes ultra-courtes. En plus de ces PFAS à chaînes ultra-courtes, la colonne Raptor Polar X est également capable de retenir et séparer les PFAS à chaînes courtes, les PFAS déjà sous surveillance ou encore les PFAS dits "alternatifs", et ce, dans la même analyse chromatographique, fournissant donc une méthode d'analyse unique et complète pour tous les différents PFAS existants, comme le montre la figure 3.

Figure 3 : Les colonnes Raptor Polar X utilisent plusieurs modes de rétention, ce qui font d'elles le meilleur choix pour l'analyse sur une seule et même méthode des PFAS à chaînes ultra-courtes, des PFAS sous surveillance et des PFAS alternatifs.



Peaks	t_r (min)	Conc. (ng/L)	Precursor Ion	Product Ion
1. 11-Chloroeicosafluoro-3-oxanonane-1-sulfonate (11CL-PF30Uds)	1.25	400	630.78	450.80
2. 9-Chlorohexadecafluoro-3-oxanonane-1-sulfonate9-Chlorohexadecafluoro-3-oxanonane-1-sulfonate (9Cl-PF3ONS)	1.34	400	530.78	350.85
3. Perfluorooctanesulfonic acid (PFOS)	1.38	400	498.84	79.97
4. Perfluorohexanesulfonic acid (PFHxS)	1.49	400	398.90	79.97
5. Perfluorobutanesulfonic acid (PFBS)	1.64	400	298.97	79.97
6. Perfluoropropanesulfonic acid (PFPrS)	1.73	400	248.97	79.98
7. Perfluoroethanesulfonic acid (PFETs)	1.86	400	198.98	79.92
8. Hexafluoropropylene oxide dimer acid (HFPO-DA)	2.06	400	284.97	168.92
9. Perfluorooctanoic acid (PFOA)	2.11	400	412.90	368.91
10. Ammonium 4,8-dioxa-3H-perfluorononanoate (ADONA)	2.15	400	376.90	250.93
11. Perfluorohexanoic acid (PFHxA)	2.36	400	312.97	268.90
12. Perfluorobutanoic acid (PFBA)	2.76	400	212.97	168.97
13. Perfluoropropionic acid (PFPrA)	3.06	400	163.03	119.01
14. Trifluoroacetic acid (TFA)	3.77	400	113.03	69.01

Column Raptor Polar X (cat.# 9311A52)
Dimensions: 50 mm x 2.1 mm ID
Particle Size: 2.7 µm
Temp.: 40 °C
Sample
Diluent: 50:50 Water:methanol
Conc.: 400 ng/L
Inj. Vol.: 10 µL

Mobile Phase

A: Water, 10 mM ammonium formate, 0.05% formic acid
 B: 60:40 Acetonitrile:methanol, 0.05% formic acid

Time (min)	Flow (mL/min)	%A	%B
0.00	0.5	15	85
8.00	0.5	15	85

Detector MS/MS
Ion Mode: ESI-
Mode: MRM
Instrument UHPLC

Choix de la taille et du type de particules

En plus de la chimie de la phase et des dimensions de la colonne, il faut également choisir la taille et le type de particules. Les particules de silice superficiellement poreuses (« SPP ») de 2,7 µm de nos colonnes Raptor représentent l'option la plus polyvalente. Les colonnes LC pour l'analyse des PFAS fabriquées avec ces particules donnent une efficacité comparable aux particules entièrement poreuses (FPP) mais sans la haute pression associée. Ainsi, les laboratoires utilisant des instruments UHPLC ou HPLC peuvent chacun obtenir des analyses rapides et efficaces.

Toutefois, les effets de la taille et du type de particules seront plus ou moins prononcés selon la configuration de l'instrument LC. Par exemple, les laboratoires qui ont l'habitude de travailler sur des instruments HPLC traditionnels avec des colonnes FPP de 5 µm peuvent être surpris par l'amélioration apportée par les colonnes SPP, et ce, indépendamment de la taille des particules. Avec les colonnes SPP, vous pourrez améliorer l'efficacité de votre méthode et la forme de vos pics, tout en travaillant dans la gamme de pression de la plupart des instruments HPLC. Des analyses plus rapides obtenues avec le même équipement intéresseront tous les laboratoires cherchant à augmenter leur productivité sans avoir à investir dans un instrument UHPLC.

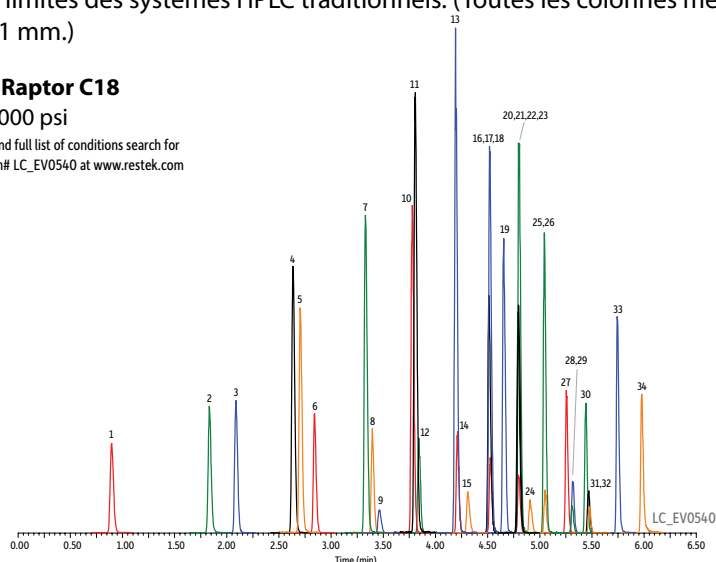
Pour les laboratoires qui utilisent déjà des instruments UHPLC, la différence liée au choix de la taille des particules est moins flagrante en termes d'efficacité et de rapidité d'analyse, surtout pour les colonnes SPP. La figure 4 illustre les effets de la taille des particules en utilisant trois colonnes SPP Raptor et un panel de PFAS sur un système UHPLC. Bien que les pics soient plus fins avec des particules de 1,8 µm, comme dicté par les principes généraux de la chromatographie, la différence d'efficacité observée entre les colonnes de 5 µm et celles de 1,8 µm n'était pas significative. En revanche, pour obtenir ces résultats très similaires, les contrepressions générées présentaient, elles, des différences significatives - les colonnes de 5 et 2,7 µm générant des pressions de travail se situant dans la plage de pression des instruments HPLC traditionnels. L'utilisation de ces particules pour l'analyse des PFAS en LC permet d'obtenir des performances similaires à l'UHPLC, sans la pression qui va habituellement avec.

Figure 4 : Pour les colonnes SPP, on peut obtenir des performances chromatographiques similaires avec différentes tailles de particules, mais les colonnes contenant des particules de 2,7 ou 5 µm maintiennent la contre-pression dans les limites des systèmes HPLC traditionnels. (Toutes les colonnes mesurent 50 mm x 2,1 mm.)

1.8 µm Raptor C18

6500–8000 psi

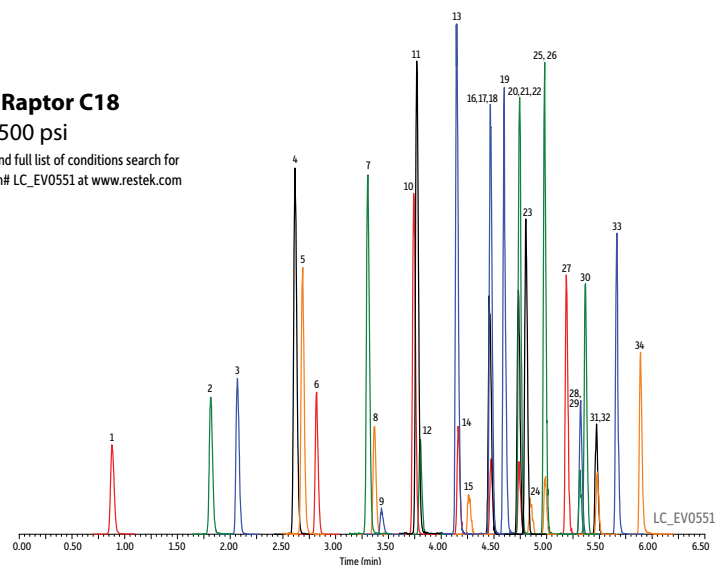
For peak list and full list of conditions search for chromatogram# LC_EV0540 at www.restek.com



2.7 µm Raptor C18

4000–5500 psi

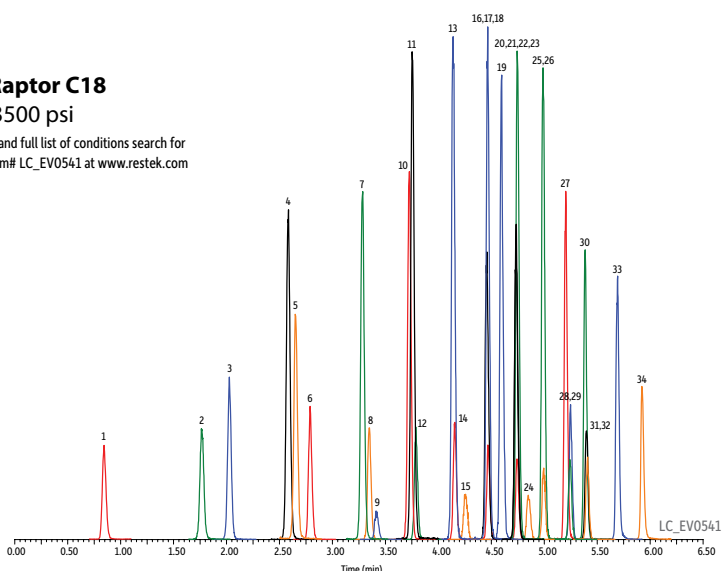
For peak list and full list of conditions search for chromatogram# LC_EV0551 at www.restek.com



5 µm Raptor C18

2000–3500 psi

For peak list and full list of conditions search for chromatogram# LC_EV0541 at www.restek.com

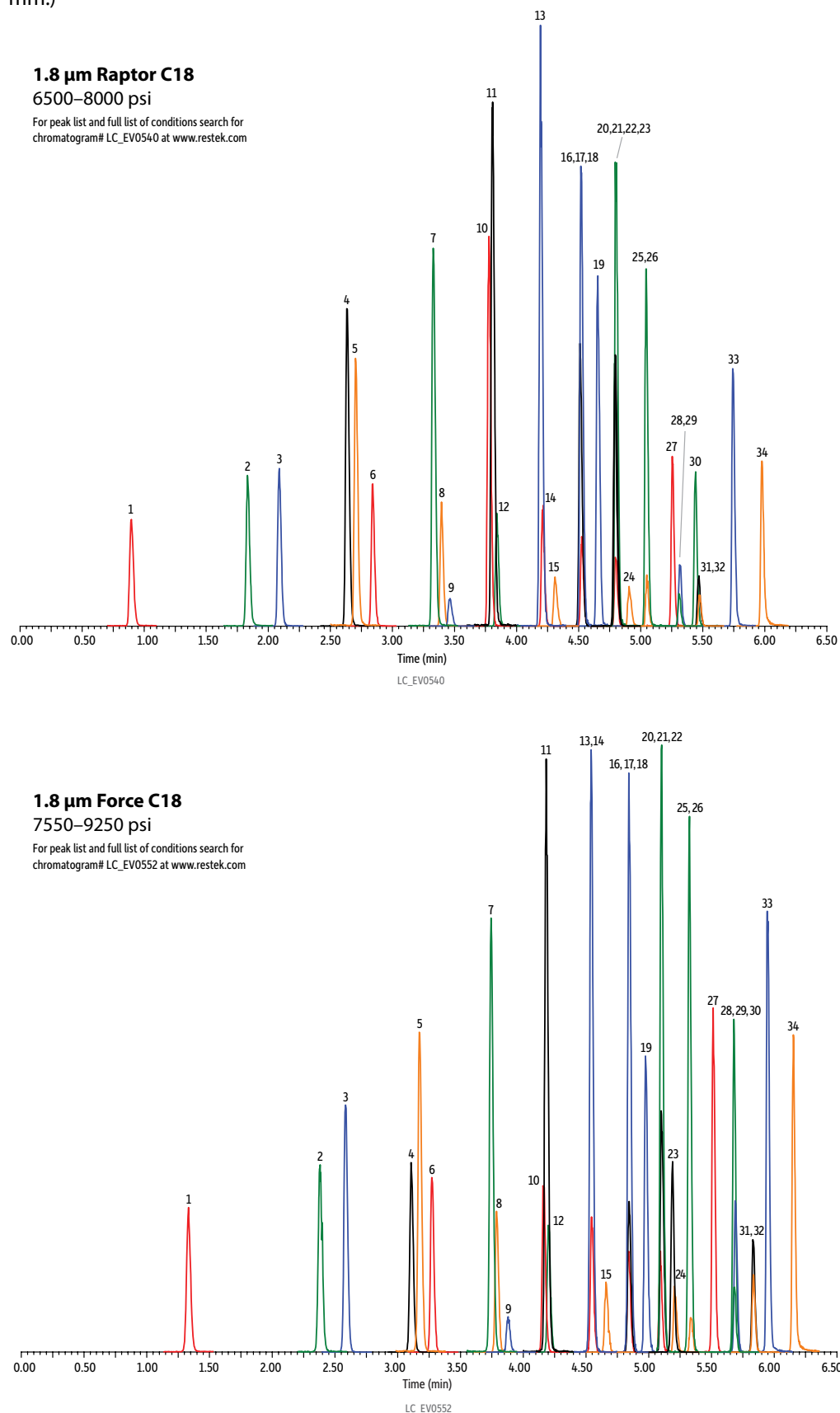


Pour obtenir une efficacité maximale (qui se traduit souvent par des analyses rapides) tout en maintenant une contre-pression aussi faible que possible, les colonnes LC contenant des particules SPP gagnent haut la main pour l'analyse des PFAS. Cependant, les laboratoires qui utilisent des colonnes FPP depuis longtemps préféreront souvent continuer de les utiliser. Heureusement, il est également possible d'utiliser une colonne FPP pour analyser les PFAS. La surface spécifique et la teneur en carbone plus élevées des colonnes FPP, comme les colonnes Force C18, offriront une meilleure rétention que les colonnes SPP (Raptor C18) de taille de particules équivalente (Figure 5).

Conclusion

Pour l'analyse des PFAS en LC, les colonnes SPP Raptor de 2,7 μm représentent le meilleur choix car elles offrent une excellente résolution et des analyses rapides, tout en étant compatibles avec n'importe quel instrument UHPLC et HPLC. Le choix de la phase stationnaire dépend des PFAS à analyser et une colonne Raptor C18 est un excellent choix pour les PFAS jusqu'en C3. Pour une analyse plus complète, c'est-à-dire en y ajoutant les PFAS à chaînes ultra-courtes (C2-C3) ainsi que les PFAS alternatifs, alors une colonne Raptor Polar X sera le meilleur choix. Notez que pour l'analyse à l'état de traces avec une colonne Raptor C18, on pourra atténuer les faux positifs ou les réponses trop élevées par l'ajout d'une "colonne-retard" PFAS. L'utilisation d'une "colonne-retard" PFAS éliminera la possible contamination par des PFAS provenant de l'instrument, lesquels peuvent coéluer avec les composés présents dans l'échantillon et donc provoquer des faux positifs ou des augmentations de signal. Pour en savoir plus sur ce produit et sur son utilisation, veuillez consulter l'article EVAR3001-UNV sur www.restek.com.

Figure 5 : Si le choix se porte sur les colonnes FPP, les colonnes Force C18 offrent également des séparations efficaces pour l'analyse des PFAS. (Toutes les colonnes mesurent 50 mm x 2,1 mm.)



Colonnes LC Raptor C18 (USP L1)

- Phase C18 «endcappée» pour les analyses courantes en phase inverse.
- Utilisable dans une large gamme de pH (2 à 8).
- La plus forte rétention hydrophobe de toutes les phases Raptor.
- Appartient à la gamme de colonnes Raptor «core-shell» et proposées avec des particules de silice de 1.8, 2.7 ou 5 µm.

DI	Longueur	Qté	Réf.
Particules de silice de 1.8 µm			
2.1 mm	30 mm	L'unité	9304232
	50 mm	L'unité	9304252
	100 mm	L'unité	9304212
	150 mm	L'unité	9304262
3.0 mm	50 mm	L'unité	930425E
	100 mm	L'unité	930421E
Particules de silice de 2.7 µm			
2.1 mm	30 mm	L'unité	9304A32
	50 mm	L'unité	9304A52
	100 mm	L'unité	9304A12
	150 mm	L'unité	9304A62
3.0 mm	30 mm	L'unité	9304A3E
	50 mm	L'unité	9304A5E
	100 mm	L'unité	9304A1E
	150 mm	L'unité	9304A6E
4.6 mm	30 mm	L'unité	9304A35
	50 mm	L'unité	9304A55
	100 mm	L'unité	9304A15
	150 mm	L'unité	9304A65
Particules de silice de 5 µm			
2.1 mm	50 mm	L'unité	9304552
	100 mm	L'unité	9304512
	150 mm	L'unité	9304562
3.0 mm	30 mm	L'unité	930453E
	50 mm	L'unité	930455E
	100 mm	L'unité	930451E
	150 mm	L'unité	930456E
4.6 mm	50 mm	L'unité	9304555
	100 mm	L'unité	9304515
	150 mm	L'unité	9304565
	250 mm	L'unité	9304575



Type de phase : C18, octadécyle silane (L1)
 Type de ligand : C18 « endcappée »
 Particules : silice de 1.8 µm, 2.7 µm ou 5 µm superficiellement poreuse (« SPP » ou « core-shell »)
 Porosité : 90 Å
 Taux de carbone : 9% (1.8 µm), 7% (2.7 µm), 5% (5 µm)
 « Endcappée »
 Surface spécifique : 125 m²/g (1.8 µm), 130 m²/g (2.7 µm) et 100 m²/g (5 µm)
 Conditions d'utilisation :
 Gamme de pH : 2.0 à 8.0
 Température max. : 80 °C
 Pression max. : 1 034 bars/15 000 psi* (1.8 µm) ; 600 bars/8 700 psi (2.7 µm) ; 400 bars/5 800 psi (5 µm)
 * Pour une durée de vie optimisée, la pression maximale recommandée pour les particules de 1.8 µm est de 830 bars (12 000 psi).

Avantages :

- Compatibles avec une large gamme de phases mobiles modérément acides à neutres (pH 2 à 8).
- Analyses rapides et fiables pour les applications les plus variées (sécurité alimentaire, environnementales, cliniques).

La phase C18 s'impose...

- Pour toutes les analyses courantes en phase inverse.
- Lorsqu'une forte rétention hydrophobe est recherchée.

« Colonne-retard » PFAS

- Permet de « piéger » les PFAS provenant du système analytique et d'éviter toute interférence avec les PFAS de l'échantillon pour garantir des résultats d'analyse exacts.
- Compatibles avec :
 - Tous les systèmes HPLC ou UHPLC jusqu'à 1034 bars (15 000 psi),
 - Les colonnes à base de silice totalement poreuse ou superficiellement poreuse,
 - Toutes les phases stationnaires.
- Forte rétention vis-à-vis des PFAS contaminants (provenant du système) : ils ne sont pas « relâchés » même durant une étape prolongée d'équilibrage.
- Installation facile avec des raccords conventionnels.

DI	Longueur	Qté	Réf.
Particules de silice de 5 µm			
2.1 mm	50 mm	L'unité	27854



27854



Colonnes LC Force C18 (USP L1)

La phase de la colonne Force C18 est de type octadécylsilane monomérique et convient à l'analyse d'une large gamme de composés acides à légèrement basiques.

DI	Longueur	Qté	Réf.
Particules de silice de 1.8 µm			
2.1 mm	30 mm	L'unité	9634232
	50 mm	L'unité	9634252
	100 mm	L'unité	9634212
3.0 mm	50 mm	L'unité	963425E
	100 mm	L'unité	963421E

Flacons à volume limité de 2 ml en polypropylène (filetage de 9 mm)

- S'adaptent à tous les passeurs d'échantillons pour flacons de 2 ml, 12 x 32 mm.
- Compatibles avec tous les bouchons à visser de 9 mm.
- Sans PTFE – Idéal pour l'analyse des PFAS (par exemple EPA 537).

Note : les flacons et les bouchons en polypropylène empêchent la contamination des échantillons par des septa recouverts de PTFE. Cependant, comme les bouchons en polypropylène ne se referment pas, l'évaporation se produit après l'injection. Des injections multiples à partir du même flacon ne sont donc pas possibles.



Description	Type	Volume	Couleur	Dimensions	Qté	Réf.
Flacons à volume limité de 2.0 ml en polypropylène (filetage de 9 mm)	9 mm à visser	1.5 ml	Transparent	12 x 32 mm	Lot de 100	23242
	9 mm à visser	1.5 ml	Transparent	12 x 32 mm	Lot de 1000	23245
	9 mm à visser	700 µl	Transparent	12 x 32 mm	Lot de 100	23243
	9 mm à visser	700 µl	Transparent	12 x 32 mm	Lot de 1000	23246

Bouchons de 9 mm en polyéthylène (solide) pour flacons de 2 ml

- Compatibles avec tous les flacons de 2 ml avec filetage de 9 mm.
- Bouchon moulé perforable, 0.254 mm.
- Sans PTFE – Idéal pour l'analyse des PFAS (par exemple EPA 537).

Note : les flacons et les bouchons en polypropylène empêchent la contamination des échantillons par des septa recouverts de PTFE. Cependant, comme les bouchons en polypropylène ne se referment pas, l'évaporation se produit après l'injection. Des injections multiples à partir du même flacon ne sont donc pas possibles.



Description	Type	Diamètre	Couleur	Qté	Réf.
Bouchons de 9 mm en polyéthylène (solide) pour flacons de 2 ml	à visser	9 mm	Transparent	Lot de 100	23244
	à visser	9 mm	Transparent	Lot de 1000	23247

Cartouches et plaques 96-puits SPE Polymérique Resprep (Phase inverse)

- Matériau polymère greffé sans silice — aucune interaction secondaire indésirable liée à la silice, même avec les composés basiques.
- Grande surface spécifique — plus grande capacité de charge en comparaison des supports à base de silice..
- Stable sur une large gamme de pH (0-14) — ne s'hydrolyse pas, même dans des conditions extrêmes.



Description	Packing	Applications	Volume	Qté	Réf.
Cartouche SPE Polymérique Resprep	WAX (Mode Mixte, Échange Anionique Faible)	Acides forts	1 ml, 30 mg	Lot de 100	28467
	WAX (Mode Mixte, Échange Anionique Faible)	Acides forts	3 ml, 60 mg	Lot de 50	28468
	WAX (Mode Mixte, Échange Anionique Faible)	Acides forts	6 ml, 150 mg	Lot de 30	28469
	WAX (Mode Mixte, Échange Anionique Faible)	Acides forts	6 ml, 500 mg	Lot de 30	28470

Des questions ? Contactez-nous au 01 60 78 32 10 ou sur restek.france@restek.com

Les brevets et marques commerciales de Restek sont la propriété de Restek Corporation. (Voir le site www.restek.fr/Brevets-et-marques pour la liste complète.) Les autres marques commerciales citées dans la documentation Restek ou sur ce site Web sont la propriété de leurs détenteurs respectifs. Les marques déposées de Restek sont enregistrées aux États-Unis et peuvent aussi être enregistrées dans d'autres pays. R.C.S. Evry B 399 620 285/SIREN : 399 620 285.

© 2022 Restek Corporation. Tous droits réservés.