



Application phare : Analyse rapide des HAP à faible concentration avec le kit « Oven Accelerator »

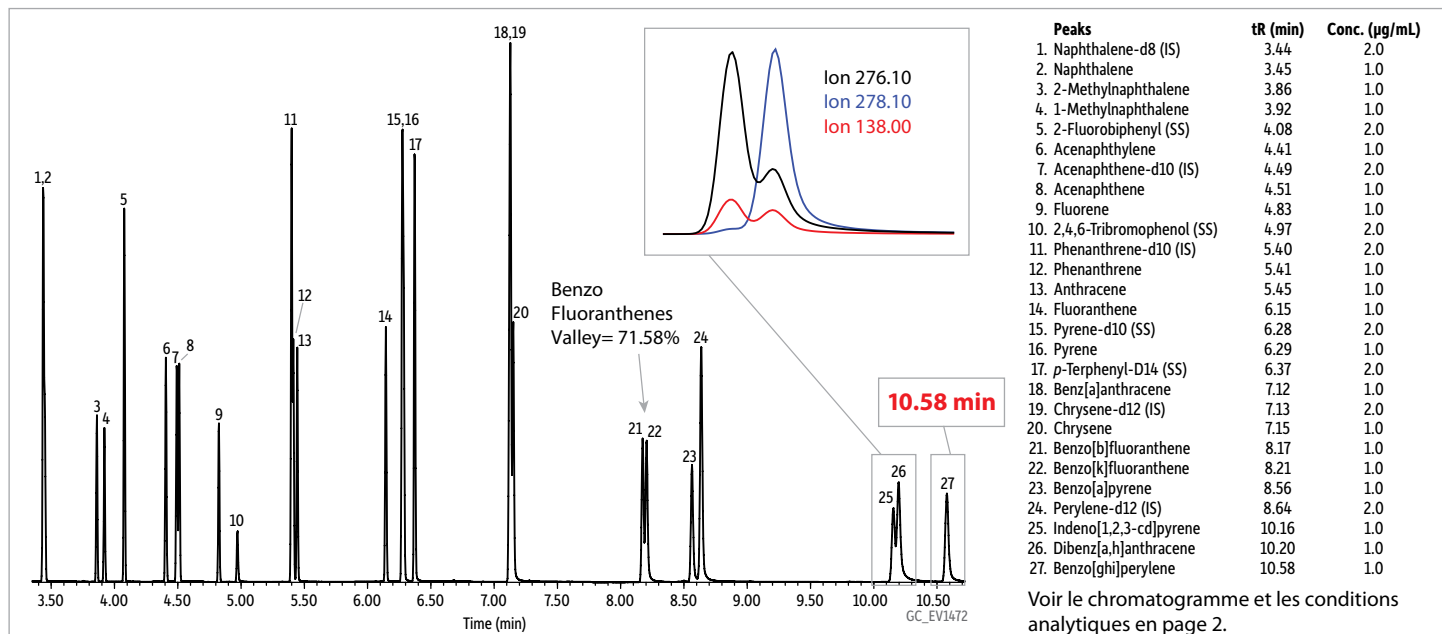
Améliorez votre productivité en analysant les faibles concentrations de HAP par GC-MS en 15 minutes

- Une diminution de la longueur de la colonne et de la méthode permet d'analyser les HAP plus rapidement : le kit « Oven Accelerator » accélère la montée en température pour répondre aux besoins de ces méthodes réduites.
- Utilisez votre méthode habituelle d'analyse des composés semivolatils en mode SIM pour les faibles concentrations de HAP.
- Réduisez la durée globale des cycles pour améliorer la productivité.

L'analyse rapide des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) à de faibles concentrations présente un intérêt pour tout le monde, en raison de la haute toxicité de certains de ces composés. Du fait de leur structure, les HAP nécessitent le mode d'analyse d'ions spécifiques (SIM pour « selected ion monitoring ») le plus sensible et sélectif pour une analyse en GC-MS. En effet, ils s'ionisent généralement sans fragmentation significative dans des conditions normales d'ionisation électronique, produisant de forts signaux ioniques moléculaires. Cela permet de convertir facilement une analyse de composé semi-volatil existante, comme l'U.S. EPA 8270D effectuée normalement avec un balayage complet, en analyse SIM capable de détecter des concentrations de HAP encore plus faibles.

L'analyse des HAP en GC-MS présentée ici montre les avantages d'un passage d'une colonne classique (Rxi-5Sil MS de 30 m, 0,25 mm, 0,25 µm) vers une colonne plus courte et plus efficace pour obtenir les mêmes séparations en moins de temps (Rxi-5Sil MS de 20 m, 0,15 mm, 0,15 µm). Optimisés grâce aux dimensions réduites, les paramètres de méthode présentés ci-dessous garantissent un profil d'élution identique à celui d'une colonne traditionnelle. Pour les instruments Agilent 6890 et 7890 avec des fours de 120 V incapables de fournir les vitesses de montée en température nécessaires pour ce type d'analyses, le kit « Oven Accelerator » de Restek a été utilisé pour accélérer la montée en température sans modification matérielle ou logicielle.

Comme le montre le chromatogramme, cette analyse des HAP par GC-MS donne une bonne résolution des pics et une réponse même à 0,05 ng « on-column » pour une analyse de 15 minutes seulement. Pour toutes les analyses de HAP à faible concentration, il faut prendre soin d'atténuer les trainées de pics provoquées par des températures de MS trop faibles ou par l'utilisation d'une source dont les pièces ne sont pas optimisées pour l'application. Par exemple, il est recommandé d'utiliser dans ce cas une lentille d'extracteur de 9 mm au lieu de la version standard de 3 mm. À noter qu'à des concentrations particulièrement faibles, l'étalonnage peut nécessiter un ajustement alternatif mais les essais internes montrent que les exigences de l'étalonnage de la méthode sont quand même respectées.



Conditions du chromatogramme

Column Rxi-5Sil MS, 20 m, 0.15 mm ID, 0.15 µm (cat.# 43816)
Sample EPA Method 8310 PAH mixture (cat.# 31874)
 Revised SV internal standard mix (cat.# 31886)
 Revised B/N surrogate mix (cat.# 31888)
 Acid surrogate mix (4/89 SOW) (cat.# 31063)
 Dichloromethane

Diluent:
Injection 1.0 µL split (split ratio 20:1)
Inj. Vol.: Topaz 4 mm single taper w/wool (cat.# 23303)
Liner: 275 °C
Inj. Temp.:
Oven 60 °C (hold 0.7 min) to 285 °C at 39.8 °C/min to 305 °C at 4.3 °C/min to 320 °C at 28.5 °C/min (hold 3.5 min)
Oven Temp.: He, constant flow
Carrier Gas 1.0 mL/min
Flow Rate: MS
Detector SIM
Mode:

Transfer Line Temp.: 280 °C
Analyzer Type: Quadrupole
Source Type: Extractor
Extractor Lens: 9 mm ID
Source Temp.: 330 °C
Quad Temp.: 180 °C
Solvent Delay Time: 1 min
Tune Type: DFTPP
Ionization Mode: EI
Instrument Agilent 7890B GC & 5977A MSD
Notes Fast SIM analysis of 16 priority PAHs plus the methylnaphthalenes in a 120 V oven equipped with the GC Accelerator kit (cat.# 23849) (injected 1 µg/mL = 0.05 ng on-column).

| Group | Start Time (min) | Ion(s) (m/z) | Dwell (ms) |
|-------|------------------|--|------------|
| 1 | 3.29 | 102, 108, 128, 136 | 25 |
| 2 | 3.71 | 85, 115, 142.1, 172.1 | 20 |
| 3 | 4.28 | 76, 82, 152.1, 153.1, 164.1 | 20 |
| 4 | 4.71 | 82.40, 142.90, 166.1, 329.8 | 25 |
| 5 | 5.24 | 89, 94, 178.1, 188.1 | 15 |
| 6 | 5.88 | 101, 106.1, 122.1, 202.1, 212.1, 244.1 | 20 |
| 7 | 6.83 | 101, 120.1, 226.1, 228.1, 240.2 | 10 |
| 8 | 7.77 | 126, 252.1 | 25 |
| 9 | 8.44 | 126, 132.1, 252.1, 264.2 | 25 |
| 10 | 9.57 | 138, 139, 276.1, 278.1 | 25 |



Kit « Oven Accelerator »

pour GC Agilent 6890 et 7890

- La même séparation GC, en moins de temps : le kit « Oven Accelerator » et le logiciel de transfert de méthode EZGC permettent de convertir les méthodes avec des colonnes de plus faibles dimensions.
- Des méthodes réduites pour des analyses plus rapides et une meilleure productivité, sans de gros investissements.
- Le kit « Oven Accelerator » s'installe facilement sans endommager la colonne GC ni impacter l'interface du MS.

Le kit « Oven Accelerator » a été conçu pour exaucer le souhait des analystes de diminuer les temps d'analyse. En réduisant le volume du four du GC, les « coussins » du kit « Oven Accelerator » permettent des rampes de chauffage plus rapides, écourtant ainsi les cycles d'analyse et améliorant le rendement du laboratoire (nombre d'échantillons analysés plus grand). Avec des rampes plus rapides, des méthodes analytiques existantes peuvent être optimisées et adaptées à des colonnes plus courtes, d'un plus faible diamètre, hautement résolutive. Le logiciel de transfert de méthode EZGC disponible en ligne constitue une aide précieuse pour une adaptation précise de la méthode afin de conserver le même profil de séparation avec éventuellement une sensibilité supérieure.

| Description | Qté | Réf. |
|---|--------|-------|
| Kit « Oven Accelerator » pour GC Agilent 6890 et 7890 | Le kit | 23849 |



Colonnes Rxi-5Sil MS (silice fondue)

phase de faible polarité ; Crossbond 1,4-bis(diméthylesiloxy)phénylène diméthyle polysiloxane

- Conçue comme une colonne de GC-MS à faible « bleeding ».
- Excellente inertie vis-à-vis des composés actifs.
- Colonnes pour applications générales : analyse GC/MS des hydrocarbures chlorés, des phtalates, des phénols, des amines, des pesticides organochlorés, des pesticides organophosphorés, des stupéfiants, des impuretés dans les solvants et des hydrocarbures.
- Températures limites : -60 °C à 350 °C.

| Description | Temp. limites | Qté | Réf. |
|---------------------------|------------------|---------|-------|
| 20 m, 0,15 mm DI, 0,15 µm | -60 à 320/350 °C | L'unité | 43816 |

Insert d'injection Topaz 4,0 mm « Gooseneck splitless » avec laine désactivée

pour GC Agilent avec injecteur « split/splitless »



| DI x DE x longueur | Qté | Réf. |
|---|----------|-------|
| « Gooseneck splitless » en verre borosilicaté, désactivation de qualité supérieure avec laine de quartz 4,0 mm x 6,5 mm x 78,5 mm | Lot de 5 | 23303 |

Mélange de HAP pour la méthode EPA 8310 (18 composés)

| | |
|---------------------------------|-----------------------------------|
| Acenaphthene (83-32-9) | Dibenz(a,h)anthracene (53-70-3) |
| Acenaphthylene (208-96-8) | Fluoranthene (206-44-0) |
| Anthracene (120-12-7) | Fluorene (86-73-7) |
| Benzo(a)anthracene (56-55-3) | Indeno(1,2,3-cd)pyrene (193-39-5) |
| Benzo(a)pyrene (50-32-8) | 1-Methylnaphthalene (90-12-0) |
| Benzo(b)fluoranthene (205-99-2) | 2-Methylnaphthalene (91-57-6) |
| Benzo(ghi)perylene (191-24-2) | Naphthalene (91-20-3) |
| Benzo(k)fluoranthene (207-08-9) | Phenanthrene (85-01-8) |
| Chrysene (218-01-9) | Pyrene (129-00-0) |

| Description | Concentration, solvant et volume | Réf. |
|---|--|-------|
| Mélange de HAP pour la méthode EPA 8310 | 500 µg/ml de chaque composé dans l'acétonitrile:toluène (92:8), 1 ml/ampoule | 31874 |



Solution-étalon interne SV révisée (7 composés)

| | |
|------------------------------------|------------------------------|
| Acenaphthene-d10 (15067-26-2) | Naphthalene-d8 (1146-65-2) |
| Chrysene-d12 (1719-03-5) | Perylene-d12 (1520-96-3) |
| 1,4-Dichlorobenzene-d4 (3855-82-1) | Phenanthrene-d10 (1517-22-2) |
| 1,4-Dioxane-d8 (17647-74-4) | |

| Description | Concentration, solvant et volume | Réf. |
|------------------------------------|---|-------|
| Solution-étalon interne SV révisée | 2 000 µg/ml de chaque composé dans le chlorure de méthylène, 1 ml/ampoule | 31885 |
| Solution-étalon interne SV révisée | 4 000 µg/ml de chaque composé dans le chlorure de méthylène, 1 ml/ampoule | 31886 |

Solution-étalon de substitution B/N révisée (4 composés)

| | |
|-----------------------------|-----------------------------|
| 2-Fluorobiphenyl (321-60-8) | p-Terphenyl-d14 (1718-51-0) |
| Nitrobenzene-d5 (4165-60-0) | Pyrene-d10 (1718-52-1) |

| Description | Concentration, solvant et volume | Réf. |
|---|---|----------|
| Solution-étalon de substitution B/N révisée | 1 000 µg/ml de chaque composé dans le chlorure de méthylène, 1 ml/ampoule | 31887 |
| Solution-étalon de substitution B/N révisée | 5 000 µg/ml de chaque composé dans le chlorure de méthylène, 1 ml/ampoule | 31888 |
| Solution-étalon de substitution B/N révisée | 5 000 µg/ml de chaque composé dans le chlorure de méthylène, 1 ml/ampoule | 31888.15 |
| Solution-étalon de substitution B/N révisée, 5 ml | 5 000 µg/ml de chaque composé dans le chlorure de méthylène, 5 ml/ampoule | 31889 |

Solution-étalon de substitution acide (4/89 SOW) (3 composés)

| |
|---------------------------------|
| 2-Fluorophenol (367-12-4) |
| Phenol-d6 (13127-88-3) |
| 2,4,6-Tribromophenol (118-79-6) |

| Description | Concentration, solvant et volume | Réf. |
|---|--|----------|
| Solution-étalon de substitution acide (4/89 SOW) | 2 000 µg/ml de chaque composé dans le méthanol, 1 ml/ampoule | 31025 |
| Solution-étalon de substitution acide (4/89 SOW) | 2 000 µg/ml de chaque composé dans le méthanol, 1 ml/ampoule | 31025.15 |
| Solution-étalon de substitution acide (4/89 SOW) | 2 000 µg/ml de chaque composé dans le méthanol, 1 ml/ampoule | 31025.25 |
| Solution-étalon de substitution acide (4/89 SOW) | 10 000 µg/ml de chaque composé dans le méthanol, 1 ml/ampoule | 31063 |
| Solution-étalon de substitution acide (4/89 SOW) | 10 000 µg/ml de chaque composé dans le méthanol, 1 ml/ampoule | 31063.15 |
| Solution-étalon de substitution acide (4/89 SOW), 5 ml | 10 000 µg/ml de chaque composé dans le méthanol, 5 ml/ampoule | 31087 |
| Solution-étalon de substitution acide (4/89 SOW), 10 ml | 10 000 µg/ml de chaque composé dans le méthanol, 10 ml/ampoule | 33029 |

Étalons de référence certifiés (CRMs), fabriqués et testés aux fins du CQ dans des laboratoires certifiés ISO pour répondre à vos exigences ISO.

