

Faites confiance aux colonnes **Rxi-PAH** pour garantir le succès des analyses des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP)

Efficacité, sélectivité et robustesse optimisées :

- Des résultats précis, rapides et fiables
- Faux positifs évités pour les HAP isobares importants
- Temps d'arrêt réduits grâce à des changements de colonne moins fréquents





Faites confiance aux colonnes Rxi-PAH pour réussir vos analyses d'hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP)

Les aliments peuvent contenir des dizaines d'hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) et, si la recherche a démontré que certains d'entre eux étaient génotoxiques et carcinogènes, d'autres sont connus pour être sans danger pour la santé humaine. C'est la source de l'une des plus grandes difficultés pour les laboratoires de sécurité alimentaire : **comment signaler fidèlement les HAP toxiques sans résultat faussé ou faux positif engendré par les HAP non toxiques.**

La plus grande difficulté pour déterminer si les concentrations de HAP dépassent les niveaux maximaux vient de la coélution de HAP de faible toxicité avec des composés cibles plus nocifs. Parfois, ces HAP interférents sont connus et rapportés en conséquence, parfois ils sont inconnus et contribuent à fausser les résultats mais dans tous les cas, les coélutions augmentent le risque de signaler des aliments sans danger comme contenant des niveaux d'HAP supérieurs au maximum admis. La spectrométrie de masse (MS) permet souvent de séparer les composés d'intérêts des interférents dus à la coélution mais pour l'analyse des HAP, il est impossible de faire la distinction entre certains composés isobares en MS. Comme le groupe EFSA PAH4 [1], ainsi que d'autres listes d'HAP fréquemment analysés, inclut des isobares qui doivent être séparés par la chromatographie, le choix de la colonne est crucial.

La colonne Rxi-PAH Restek est conçue spécialement pour une analyse complète des HAP dans l'alimentation et elle est actuellement la meilleure colonne du marché pour ces applications. Les dimensions de la colonne ont été choisies pour maximiser l'efficacité, et la sélectivité de la phase stationnaire exclusive a été optimisée pour maximiser la résolution entre les paires critiques. De plus, la phase greffée stabilisée à l'arylène fournit une grande stabilité thermique et une excellente robustesse. Avec sa combinaison d'efficacité, de sélectivité et de robustesse, la colonne Rxi-PAH est le meilleur choix pour réussir les analyses des HAP.

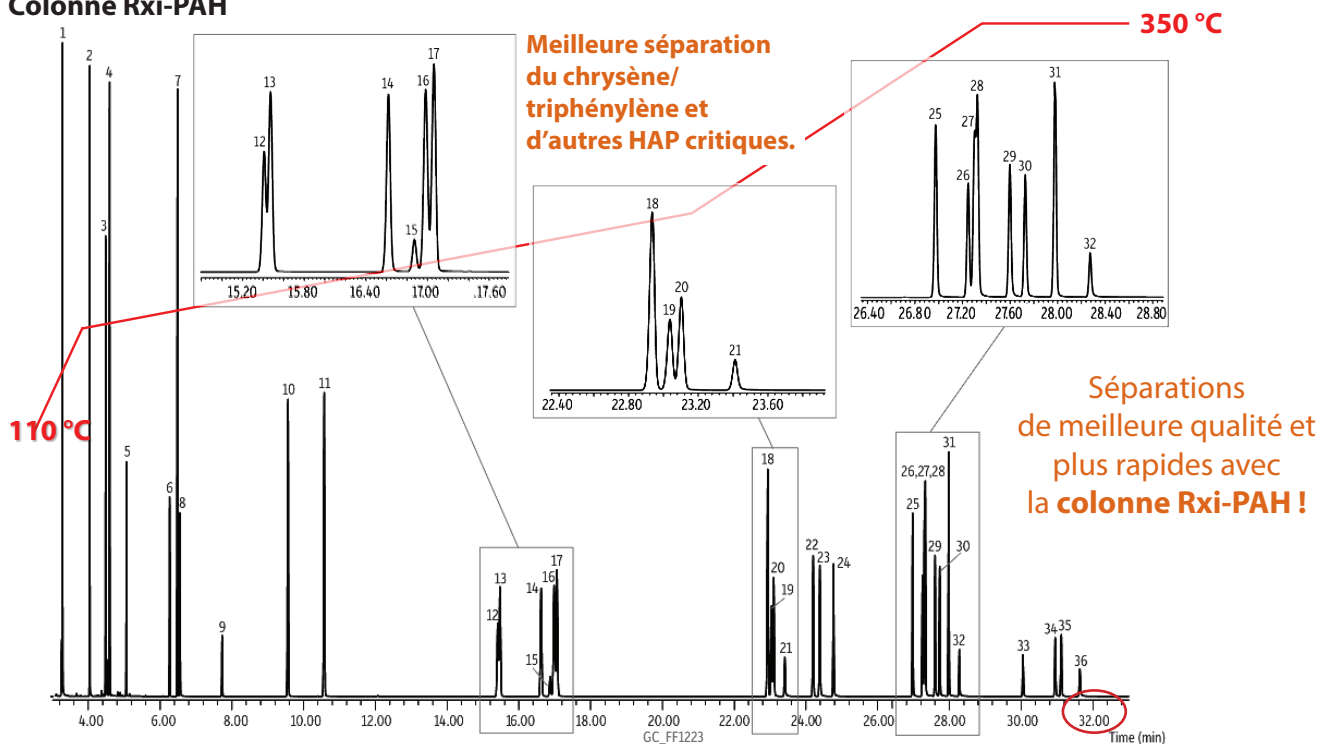
La colonne Rxi-PAH permet de générer des données rapidement et en toute confiance

Le pouvoir de séparation optimisé de la colonne Rxi-PAH offre les meilleures performances pour l'analyse des HAP. La colonne Rxi-PAH fournit de bonnes séparations plus rapidement avec une analyse plus simple qu'avec les autres colonnes. La Figure 1 présente une comparaison des performances d'une colonne Rxi-PAH (40 m x 0.18 mm x 0.07 µm) et de celles d'une colonne pour HAP concurrente (30 m x 0.25 mm x 0.15 µm) lors d'une analyse optimisée pour les composés du groupe EFSA PAH4. Bien que la colonne concurrente mesure 10 m de moins que la Rxi-PAH, une analyse 30% plus rapide est obtenue avec une programmation de température plus simple (calque rouge). Cette optimisation est possible car l'efficacité et la sélectivité accrues de la colonne Rxi-PAH permettent de résoudre les composés critiques, notamment les benzo [b], [k] et [j] fluoranthènes, mais aussi d'éluer les HAP lourds dans une analyse courte. Parce que les films plus fins « bleed » moins, il y'a très peu d'interférences dues au « bleeding » de la colonne, ce qui fait de la colonne Rxi-PAH un excellent choix pour les analyses MS des HAP en faible taux dans l'alimentation.

[1] Scientific Opinion of the Panel on Contaminants in the Food Chain on a request from the European Commission on Polycyclic Aromatic Hydrocarbons in Food, The EFSA Journal 724 (2008) 1.

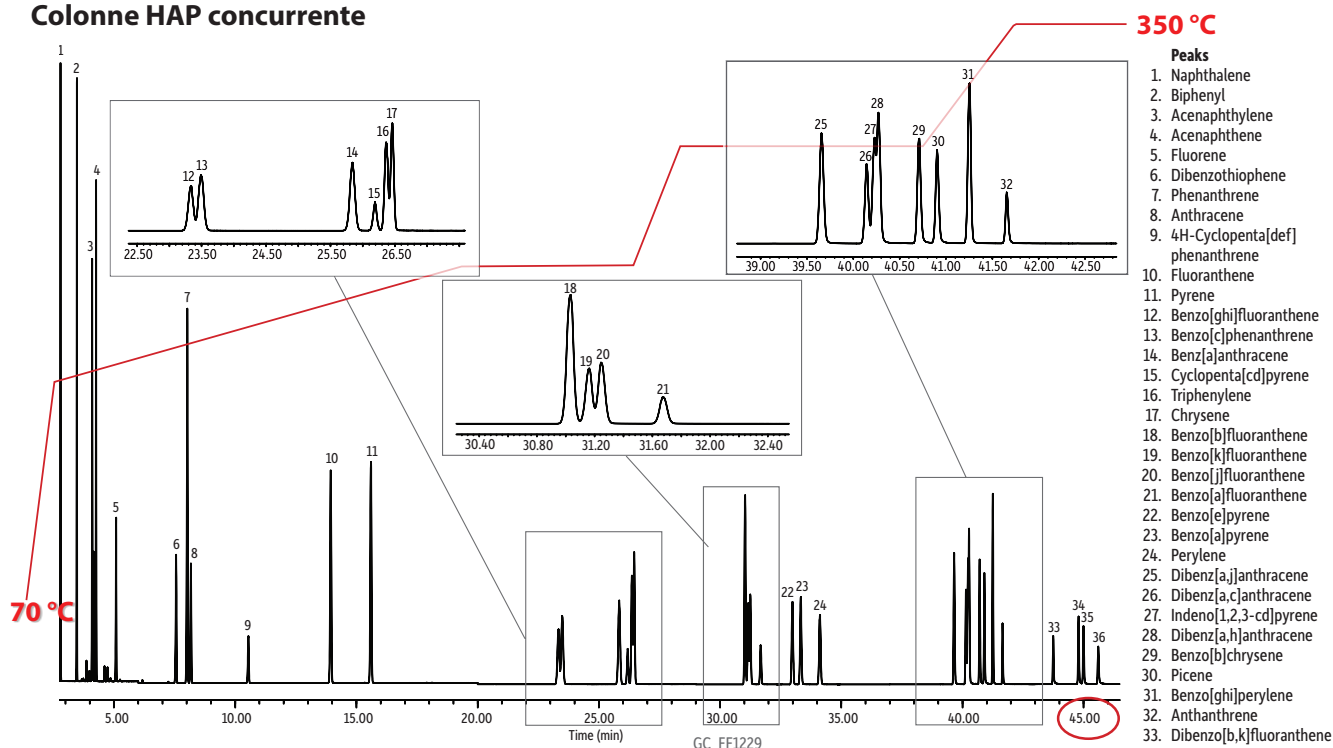
Figure 1 : La colonne Rxi-PAH permet une analyse plus rapide et plus simple du fait de sa plus grande efficacité et de sa sélectivité optimisée.

Colonne Rxi-PAH



Column: Rxi-PAH, 40 m, 0.18 mm ID, 0.07 µm (cat.# 49316); **Sample:** NIST SRM 2260a PAH mix; **Diluent:** Toluene; **Conc.:** 0.2 - 2 µg/mL (SRM 2260a PAH mix was diluted 5x in toluene); **Injection:** Inj. Vol.: 0.5 µL pulsed splitless (hold 0.58 min); **Liner:** Restek Premium 2 mm single taper w/wool (cat.# 23316.1); **Inj. Temp.:** 275 °C; **Pulse Pressure:** 80 psi (551.6 kPa); **Pulse Time:** 0.6 min; **Purge Flow:** 40 mL/min; **Oven:** Oven Temp.: 110 °C (hold 1 min) to 210 °C at 37 °C/min to 260 °C at 3 °C/min to 350 °C at 11 °C/min (hold 4.5 min); **Carrier Gas:** He, constant flow; **Flow Rate:** 1.4 mL/min; **Detector:** MS; **Mode:** SIM. For complete instrument conditions, visit www.restek.com and enter GC_FF1223 in the search. **Red line** = oven temperature program.

Colonne HAP concurrente



Conditions based on column manufacturer's recommendations. **Column:** Vendor A PAH Column, 30 m, 0.25 mm ID, 0.15 µm; **Injection:** Inj. Vol.: 1.0 µL splitless (hold 1.0 min); **Oven:** Oven Temp.: 70 °C (hold 0.7 min) to 180 °C at 85 °C/min to 230 °C at 3 °C/min (hold 7 min) to 280 °C at 28 °C/min (hold 10 min) to 350 °C at 14 °C/min (hold 4 min); **Carrier Gas:** He, constant flow; **Flow Rate:** 2.0 mL/min; **Detector:** MS. For complete instrument conditions, visit www.restek.com and enter GC_FF1229 in the search.

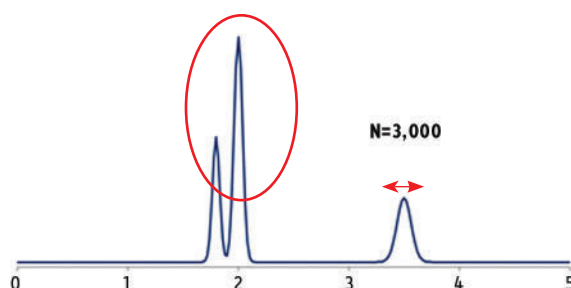
Une colonne plus efficace pour de meilleures séparations des HAP importants et de leurs interférents dans l'alimentation

Dans toutes les analyses impliquant de nombreux interférents isobares potentiels dont l'élution est très proche des composés d'intérêt, comme c'est le cas pour l'analyse des HAP, il est absolument nécessaire que la séparation soit maximale. L'efficacité est en fonction de la largeur des pics et plus les pics sont fins, plus la colonne est efficace. Les pics plus fins sont également les plus hauts, ce qui signifie que l'amélioration ne concerne pas seulement la résolution des composants dont l'élution est proche, mais aussi la sensibilité. La Figure 2 montre que les colonnes avec une efficacité plus élevée donnent une bien meilleure séparation des composés, quelle que soit la sélectivité de la phase stationnaire, et qu'elles fournissent aussi de meilleures réponses de pics, ce qui est crucial pour les analyses de traces telles que celle des HAP dans l'alimentation.

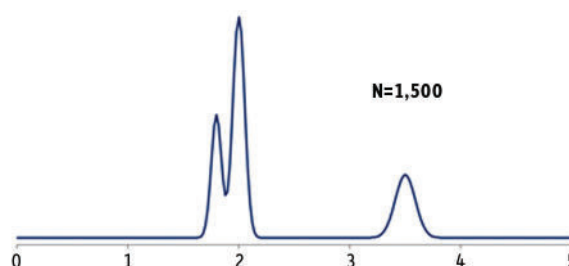
Figure 2 : Une grande efficacité aide à séparer les composés, quelle que soit la sélectivité de la colonne. Avec leur grande efficacité, les colonnes Rxi-PAH fournissent de meilleures séparations et améliorent les pics, deux conditions nécessaires au succès de l'analyse des HAP.

A. Séparation avec une efficacité élevée

Les colonnes très efficaces produisent des pics longs et étroits, et améliorent la séparation et la réponse



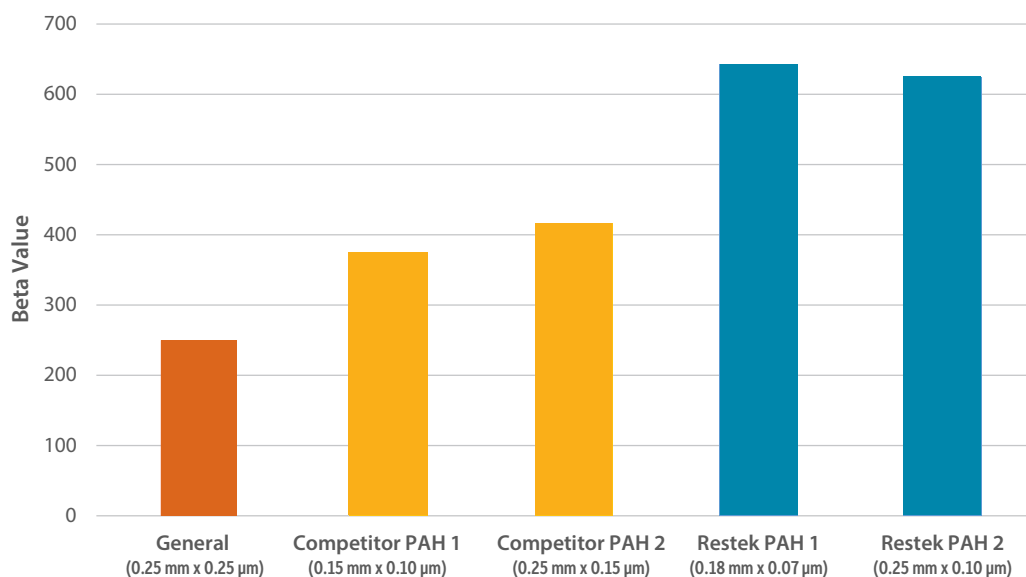
B. Séparation avec une efficacité plus faible



Les colonnes Rxi-PAH Restek ont été mises au point avec des films fins stables, optimisés spécialement pour augmenter l'efficacité. Les films fins donnent des colonnes plus efficaces car ils ont un taux de transfert de masse plus élevé que les films plus épais. La valeur bêta (ou rapport de phase) est liée à l'efficacité et s'appuie sur le rapport entre le DI de la colonne et l'épaisseur du film. Les colonnes à film fin ont des valeurs bêta plus élevées, et sont donc plus efficaces. Restek a mis au point la colonne Rxi-PAH avec un film très fin, tout en préservant la robustesse exigée pour les matrices difficiles (voir les données de robustesse en p. 7). Les valeurs bêta sont > 600 pour toutes les configurations, donc bien plus élevées que les colonnes pour HAP des autres fabricants. Pour référence, elles sont aussi supérieures à celles des colonnes génériques de DI 0.25 mm avec une épaisseur de film de 0.25 μ m (Figure 3).

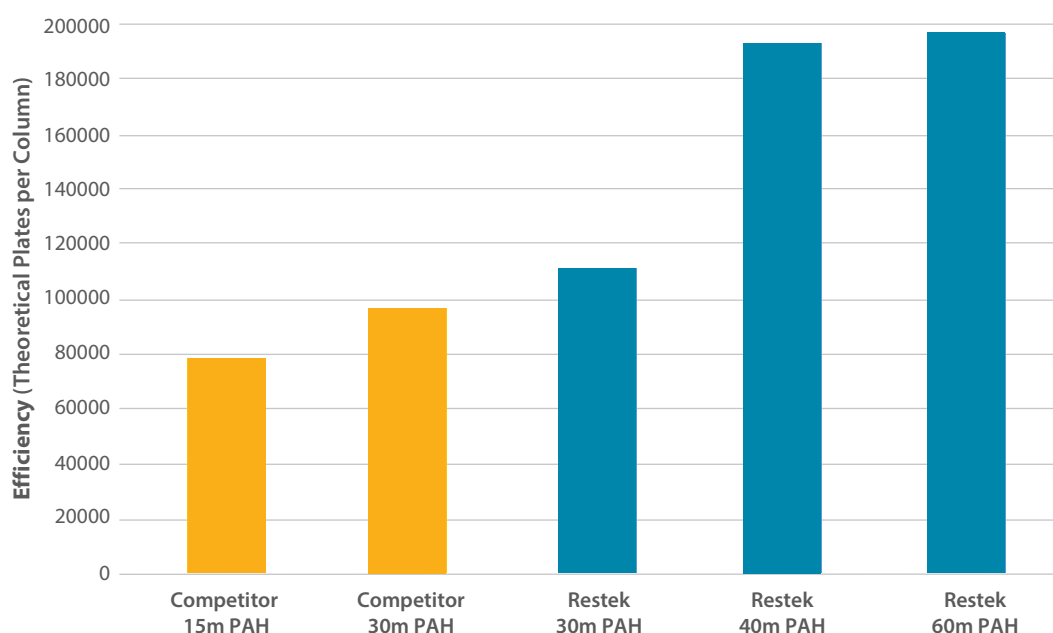
Les colonnes Rxi-PAH sont les colonnes pour les HAP les plus efficaces du marché et cette efficacité élevée garantit une meilleure résolution des composés critiques.

Figure 3 : Les colonnes Rxi-PAH Restek ont une valeur bêta plus élevée que celle des colonnes d'analyse des HAP concurrentes pour une efficacité maximale.



L'efficacité de la colonne peut être mesurée au moyen du nombre de plateaux théoriques, qui est directement proportionnel à la largeur des pics. Du fait des épaisseurs de films et des valeurs bêta optimisées, les colonnes Rxi-PAH Restek ont entre 14 000 et 98 000 plateaux théoriques *de plus* par colonne que les colonnes concurrentes, ce qui permet de séparer les composés critiques dont l'élution est très proche (Figure 4).

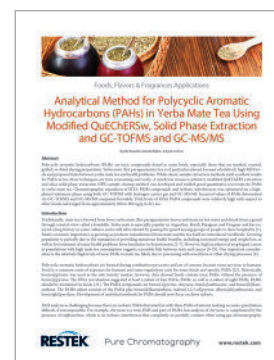
Figure 4 : Les colonnes Rxi-PAH Restek ont plus de plateaux théoriques que les colonnes pour HAP concurrentes et fournissent donc de meilleures séparations.



Pour référence, une colonne classique de polarité moyenne a 105 000 plateaux par colonne.

La sélectivité optimisée des colonnes Rxi-PAH permet de séparer des interférents tous les HAP prioritaires du groupe EFSA PAH4

En plus d'une efficacité maximale, une sélectivité optimisée est nécessaire pour une analyse des HAP réussie, surtout pour séparer le chrysène et le benzo(b)fluoranthène, des composés du groupe EFSA PAH4, des HAP isobares interférents. Certaines colonnes séparent l'un de ces HAP essentiels, mais aucune ne sépare à la fois le chrysène et le benzo(b)fluoranthène de leurs interférents mieux que la colonne Rxi-PAH. Par exemple, les phases à faible teneur en phényle (notamment les colonnes de type 5) résolvent le triphénylène et le chrysène mais pas le benzo(b)fluoranthène et le benzo(j)fluoranthène. À l'inverse, une teneur en phényle plus élevée (par exemple, les colonnes de type 17) offre une bonne séparation entre le benzo(b)fluoranthène et le benzo(j)fluoranthène mais la séparation triphénylène/chrysène est sévèrement compromise. En revanche, la colonne Rxi-PAH produit une excellente séparation du triphénylène et du chrysène et aussi des benzo fluoranthènes. La Figure 5 montre que cette colonne fournit les séparations exceptionnelles nécessaires pour une quantification exacte, même dans les matrices complexes comme le thé. Grâce à sa sélectivité optimisée, la colonne Rxi-PAH permet, avec la méthode adéquate, d'obtenir rapidement des résultats fiables et exacts, même dans les matrices difficiles qui contiennent de nombreux HAP interférents.

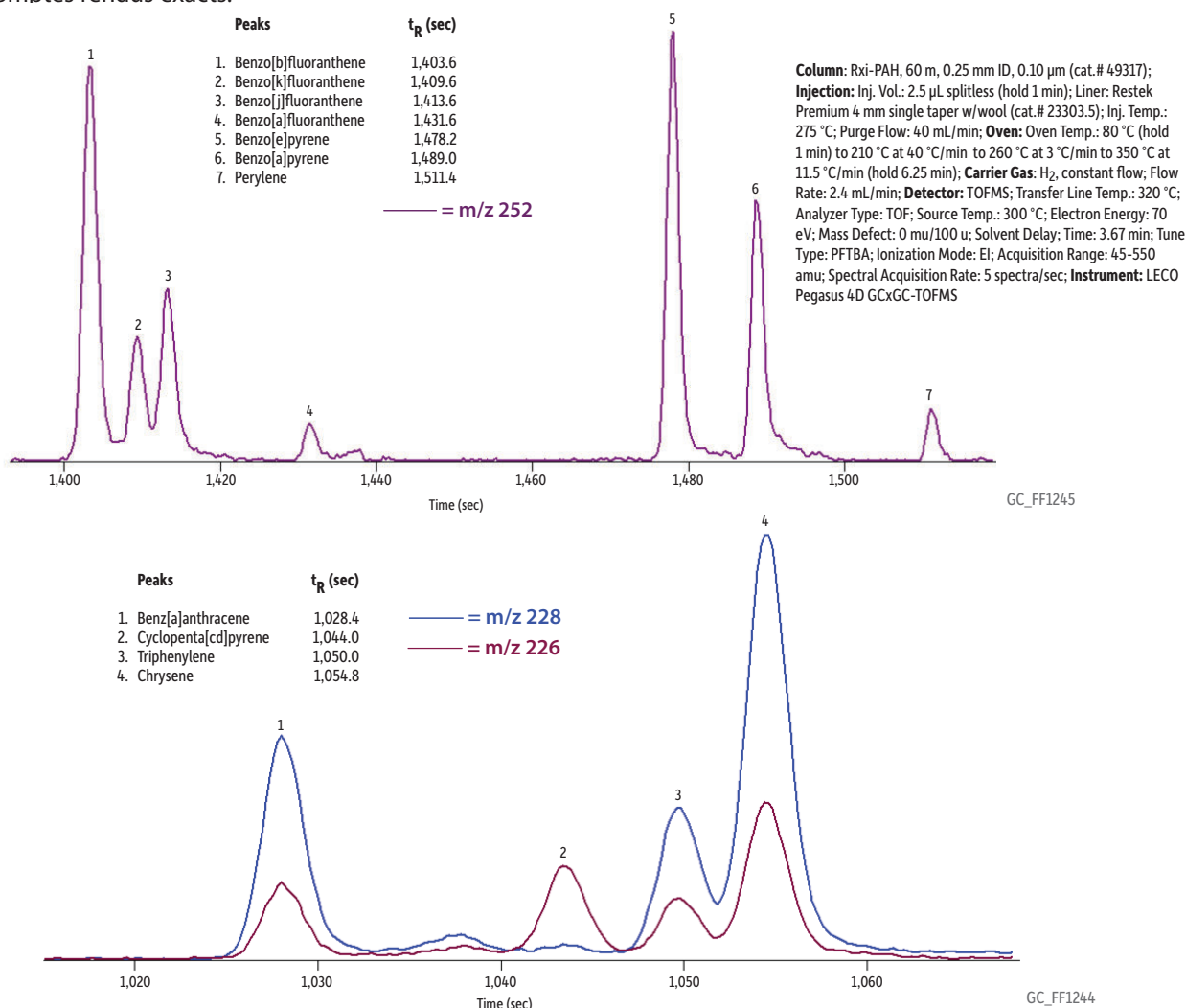


Notre méthode

Téléchargez la note d'application Restek complète sur l'analyse des HAP dans le thé.

Rendez-vous sur www.restek.com et entrez FFAN2086-UNV dans le champ de recherche.

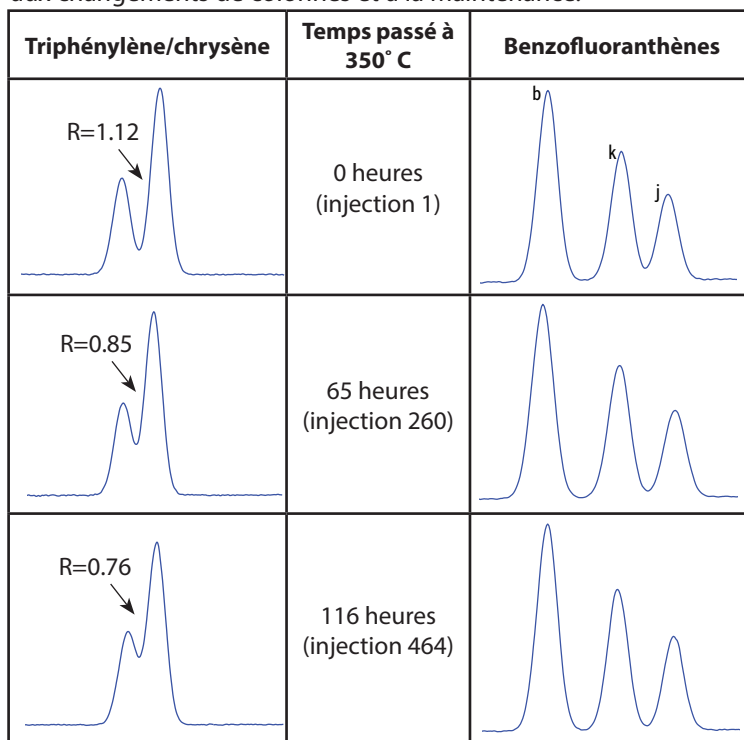
Figure 5 : l'excellente séparation des HAP importants et de leurs interférents sur colonne Rxi-PAH garantit des comptes rendus exacts.



Temps d'arrêt réduits grâce à des changements de colonne moins fréquents : les colonnes Rxi-PAH supportent les températures élevées et les matrices agressives

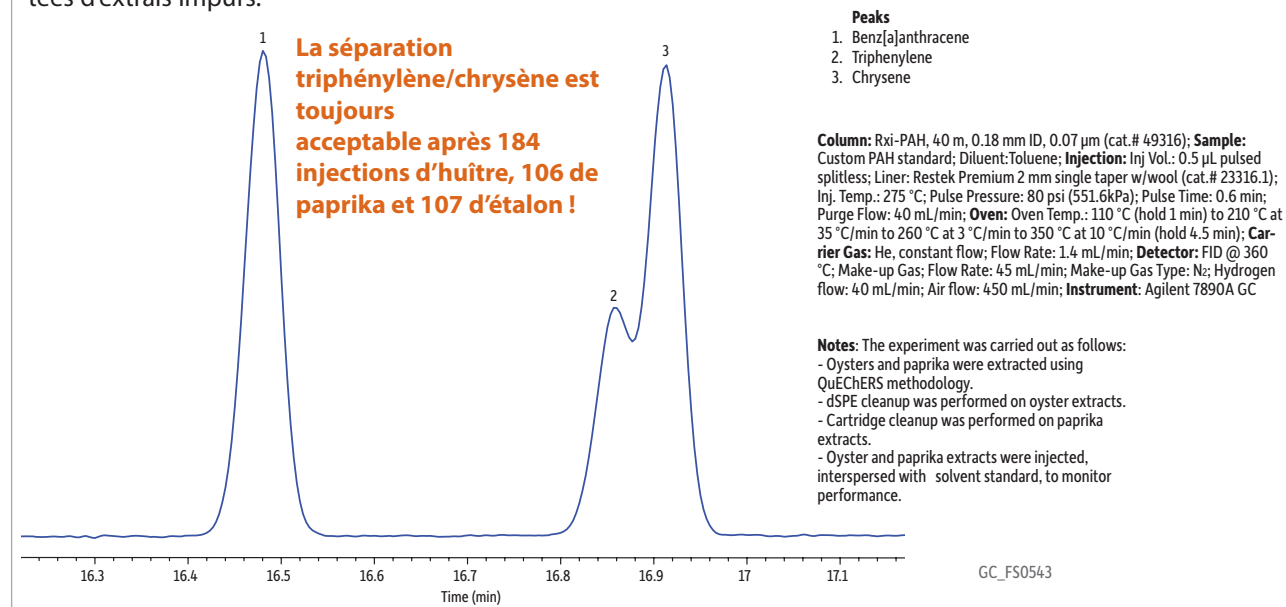
Les colonnes avec un film fin sont très efficaces mais dans certaines conditions, elles peuvent être moins robustes que les colonnes dont le film est épais. En revanche, les colonnes Rxi-PAH peuvent supporter les hautes températures nécessaires à l'élution des HAP lourds (par exemple, 302 m/z) grâce à la robustesse de leur phase stationnaire greffée stabilisée à un groupement arylène. Pour démontrer cette propriété, un étalon de HAP a été injecté de manière répétée, avec un maintien isotherme final de 4,5 minutes à 350 °C. La Figure 6 montre qu'une résolution acceptable entre le triphénylène et le chrysène et entre les benzo fluoranthènes a été maintenue même après 464 injections et un total de 116 heures à 350 °C. En fait, après 464 injections, la colonne Rxi-PAH commence à s'approcher de la résolution d'une colonne concurrente neuve, pour la séparation triphénylène/chrysène. Ces colonnes sont aussi suffisamment robustes pour supporter les injections répétées de matrices d'échantillons impures. La Figure 7 montre que la colonne Rxi-PAH maintient ses excellentes performances pour la séparation triphénylène/chrysène, même après 184 injections d'extraits d'huître et 106 de paprika et 107 d'étalon (Figure 7).

Figure 6 : Même après de longues périodes à haute température, les colonnes Rxi-PAH fournissent d'excellentes séparations des HAP essentiels, ce qui réduit les pertes de temps et d'argent liées aux changements de colonnes et à la maintenance.



Column: Rxi-PAH, 40 m, 0.18 mm ID, 0.07 µm (cat.# 49316); **Sample:** Mixed PAH standard prepared at 10–40 µg/mL from neat materials in toluene; **Injection:** 0.5 µL pulsed splitless (hold 0.58 min); **Liner:** Restek Premium 2 mm single taper w/ wool (cat.# 23316.1); **Inj. Temp.:** 275 °C; **Pulse Pressure:** 80 psi (551.6kPa); **Pulse Time:** 0.6 min; **Purge Flow:** 40 mL/min; **Oven Temp.:** 110 °C (hold 1 min) to 210 °C at 35 °C/min to 260 °C at 3 °C/min to 350 °C at 10 °C/min (hold 15 min); **Carrier Gas:** He, constant flow; **Flow Rate:** 1.4 mL/min; **Detector:** FID @ 360 °C.

Figure 7 : Une bonne séparation du triphénylène et du chrysène est maintenue même après des injections répétées d'extraits impurs.



Succès garanti pour les analyses de HAP avec la colonne Rxi-PAH

Que vous analysiez les listes complètes ou que vous focalisiez sur le groupe EFSA PAH4, la colonne Rxi-PAH garantit votre succès en combinant efficacité, sélectivité et robustesse pour produire une colonne qui surpasse toutes ses concurrentes.

De plus, chaque colonne Rxi-PAH est soumise à essai pour vérifier les séparations critiques : la garantie de performances constantes. Choisissez la configuration qui convient le mieux à votre application et soyez sûrs d'obtenir des résultats précis pour les HAP, sans erreurs dues aux interférences.

Réf.	Longueur	DI	Épaisseur du film de phase	Description
49316	40 m	0.18 mm	0.07 µm	Faible diamètre intérieur, film plus fin, analyse plus rapide, excellente séparation des HAP importants, capacité inférieure
49317	60 m	0.25 mm	0.10 µm	Diamètre intérieur de 0.25 mm, meilleure capacité, résolution maximale des HAP importants, analyse plus longue que les colonnes de 0.18 mm, film fin qui permet l'élution des dibenzo pyrènes
49318	30 m	0.25 mm	0.10 µm	Diamètre intérieur de 0.25 mm, meilleure capacité, résolution maximale des HAP importants, analyse plus longue que les colonnes de 60 m, résolution adéquate des HAP importants, colonne moins onéreuse.

Associez les colonnes Rxi-PAH à des étalons de référence certifiés (CRM)



Solution-étalon de HAP EFSA (16 composés)

Benz(a)anthracene (56-55-3)
 Benzo(a)pyrene (50-32-8)
 Benzo(b)fluoranthene (205-99-2)
 Benzo(c)fluorene (3,4-Benzofluorene) (205-12-9)
 Benzo(g,h,i)perylene (191-24-2)
 Benzo(j)fluoranthene (205-82-3)
 Benzo(k)fluoranthene (207-08-9)
 Chrysene (218-01-9)
 Cyclopenta(c,d)pyrene (27208-37-3)
 Dibenz(a,e)pyrene (192-65-4)
 Dibenz(a,h)anthracene (53-70-3)
 Dibenz(a,h)pyrene (189-64-0)
 Dibenzo(a,i)pyrene (189-55-9)
 Dibenzo(a,l)pyrene (191-30-0)
 Indeno(1,2,3-cd)pyrene (193-39-5)
 5-Methylchrysene (3697-24-3)

100 µg/ml de chaque composé dans le toluène, 1 ml/ampoule
 Réf. 32470 (L'unité)

Solution-étalon de HAP interférents (5 composés)

Benzo(j)fluoranthene (205-82-3) 750 µg/mL
 Benzo(k)fluoranthene (207-08-9) 1,000
 Benzo(e)pyrene (192-97-2) 500
 Perylene (198-55-0) 250
 Triphenylene (217-59-4) 750

dans le toluène, 1 ml/ampoule
 Réf. 32472 (L'unité)

Solution-étalon EFSA PAH4 (4 composés)

Benzo(a)anthracene (56-55-3)
 Benzo(a)pyrene (50-32-8)
 Benzo(b)fluoranthene (205-99-2)
 Chrysene (218-01-9)

1 000 µg/ml de chaque composé dans le toluène, 1 ml/ampoule
 Réf. 32469 (L'unité)

RESTEK
 Pure Chromatography

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 (consultez www.restek.com/fr/brevets-et-marques pour la liste complète.) Les autres marques commerciales citées dans la documentation Restek ou sur le site internet 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. Si vous ne souhaitez plus recevoir de communications de la part de Restek, vous pouvez vous désinscrire à tout moment sur www.restek.com/fr/desinscription. R.C.S. Evry B 399 620 285 SIREN : 399 620 285.

© 2022 Restek France. Tous droits réservés.

www.restek.com



Réf. FFSS2114-FR