

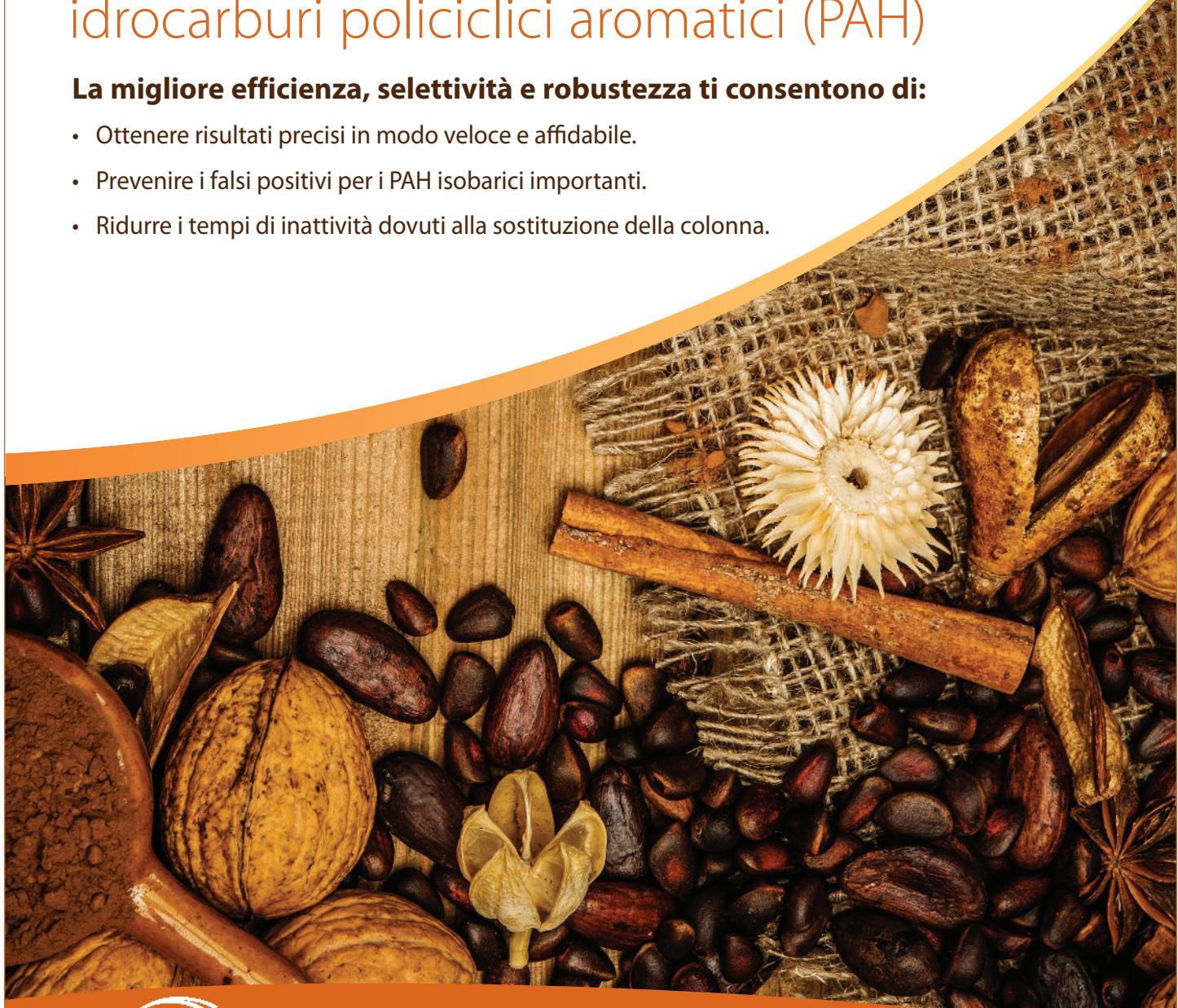


Affidati alle colonne RxI®-PAH

per garantire la riuscita delle analisi degli idrocarburi policiclici aromatici (PAH)

La migliore efficienza, selettività e robustezza ti consentono di:

- Ottenere risultati precisi in modo veloce e affidabile.
- Prevenire i falsi positivi per i PAH isobarici importanti.
- Ridurre i tempi di inattività dovuti alla sostituzione della colonna.



RESTEK

Pure Chromatography

www.restek.com



Affidati alle colonne Rxⁱ-PAH per garantire la riuscita delle analisi degli idrocarburi policiclici aromatici (PAH)

Gli alimenti possono contenere decine di idrocarburi policiclici aromatici (PAH) e, se le ricerche hanno dimostrato che alcuni di questi composti sono genotossici e cancerogeni, altri non sono riconosciuti come dannosi per la salute umana. Questo genera una delle sfide principali per i laboratori di sicurezza alimentare: **come riportare in modo preciso i PAH tossici, senza ottenere risultati distorti o falsi positivi causati dai PAH non tossici.**

La difficoltà principale nel determinare se le concentrazioni di PAH superano i livelli massimi è dovuta al fatto che i PAH meno tossici coeluiscono con composti target nocivi. Sia che queste interferenze dei PAH siano note e riportate insieme oppure ignote e quindi passibili di generare distorsioni, le coeluzioni aumentano il rischio di rilevare un volume di PAH superiore ai livelli massimi in alimenti sicuri. Mentre la spettrometria di massa (MS) può spesso risolvere i composti di interesse dalle interferenze coeluenti, nell'analisi dei PAH sono presenti interferenze isobarche che non è possibile distinguere con la MS. Poiché il gruppo PAH4 EFSA [1], come pure altri elenchi di PAH frequentemente analizzati, includono isobari che devono essere separati cromatograficamente, la scelta della colonna è un aspetto essenziale.

La colonna Rxⁱ-PAH di Restek è progettata appositamente per l'analisi completa dei PAH negli alimenti ed è la migliore colonna attualmente sul mercato per queste applicazioni. Le dimensioni della colonna sono state scelte per massimizzare l'efficienza, e la selettività della fase stazionaria brevettata è stata ottimizzata per ottenere la migliore risoluzione possibile tra le coppie critiche. Inoltre la fase arilénica stabilizzata e legata garantisce la stabilità alle alte temperature e una robustezza eccellente. La combinazione di efficienza, selettività e robustezza fanno della colonna Rxⁱ-PAH la scelta migliore per l'ottima riuscita delle analisi dei PAH.

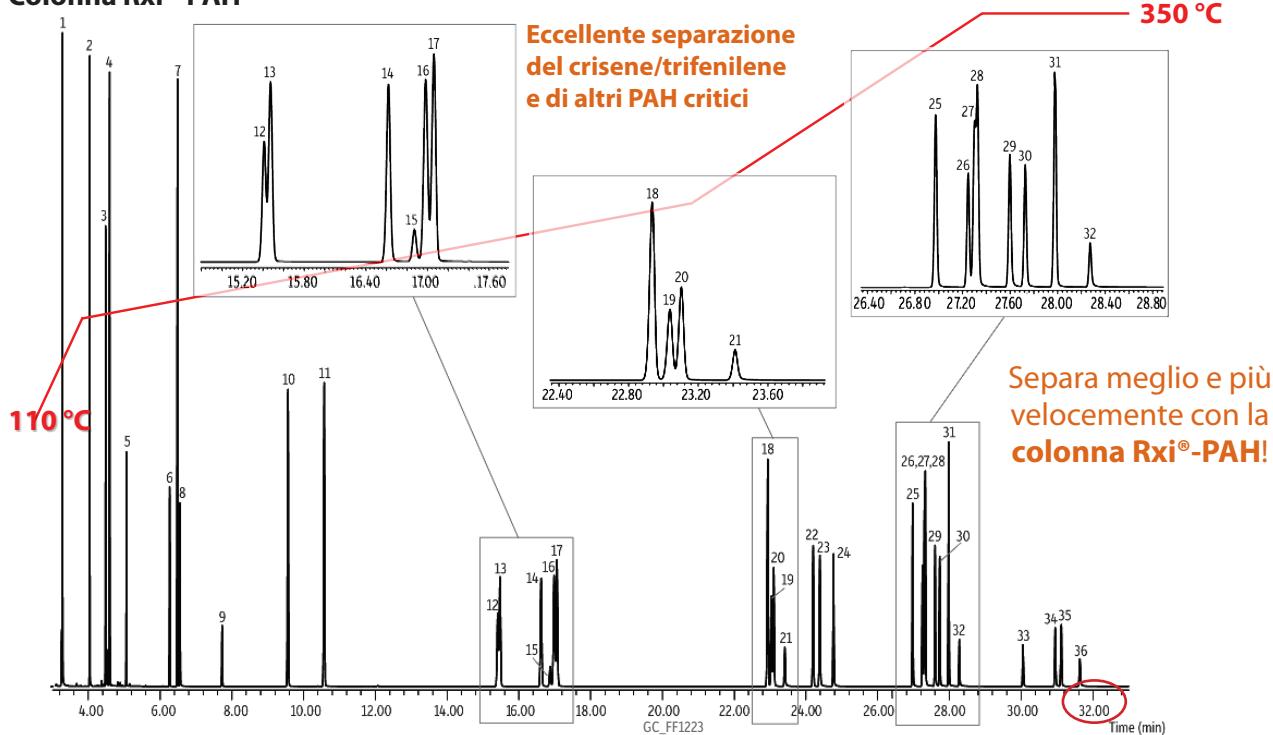
Genera dati in tutta tranquillità e con la massima velocità grazie alle colonne Rxⁱ-PAH

L'eccellente potere di separazione della colonna Rxⁱ-PAH garantisce le migliori prestazioni nell'analisi dei PAH. Rispetto ad altre colonne, la Rxⁱ-PAH consente separazioni ottimali in minor tempo, rendendo l'analisi più lineare. La Figura 1 mette a confronto le prestazioni di una colonna Rxⁱ-PAH (40 m x 0,18 mm x 0,07 µm) con quelle della colonna PAH di un competitor (30 m x 0,25 mm x 0,15 µm) in un'analisi ottimizzata per i composti PAH4 EFSA. Anche se la colonna del competitor è più corta di 10 m rispetto alla colonna Rxⁱ-PAH, la colonna di Restek® consente di ottenere un'analisi più veloce di circa il 30% con una programmazione del forno più semplice (sovrimpressione rossa). Questa ottimizzazione è possibile perché la migliore efficienza e selettività della colonna Rxⁱ-PAH consente la risoluzione di composti critici, quali i benzo [b], [k], e [j] fluoranteni, eluendo al contempo i PAH più pesanti in un tempo di analisi breve. Poiché i film più sottili hanno un bleeding ridotto, il bleeding della colonna interferisce in misura esigua, rendendo la colonna Rxⁱ-PAH la scelta ideale per le analisi MS dei PAH in tracce negli alimenti.

[1] Opinione scientifica del Gruppo sui contaminanti nella catena alimentare su richiesta della Commissione Europea sugli idrocarburi policiclici aromatici negli alimenti, The EFSA Journal 724 (2008) 1.

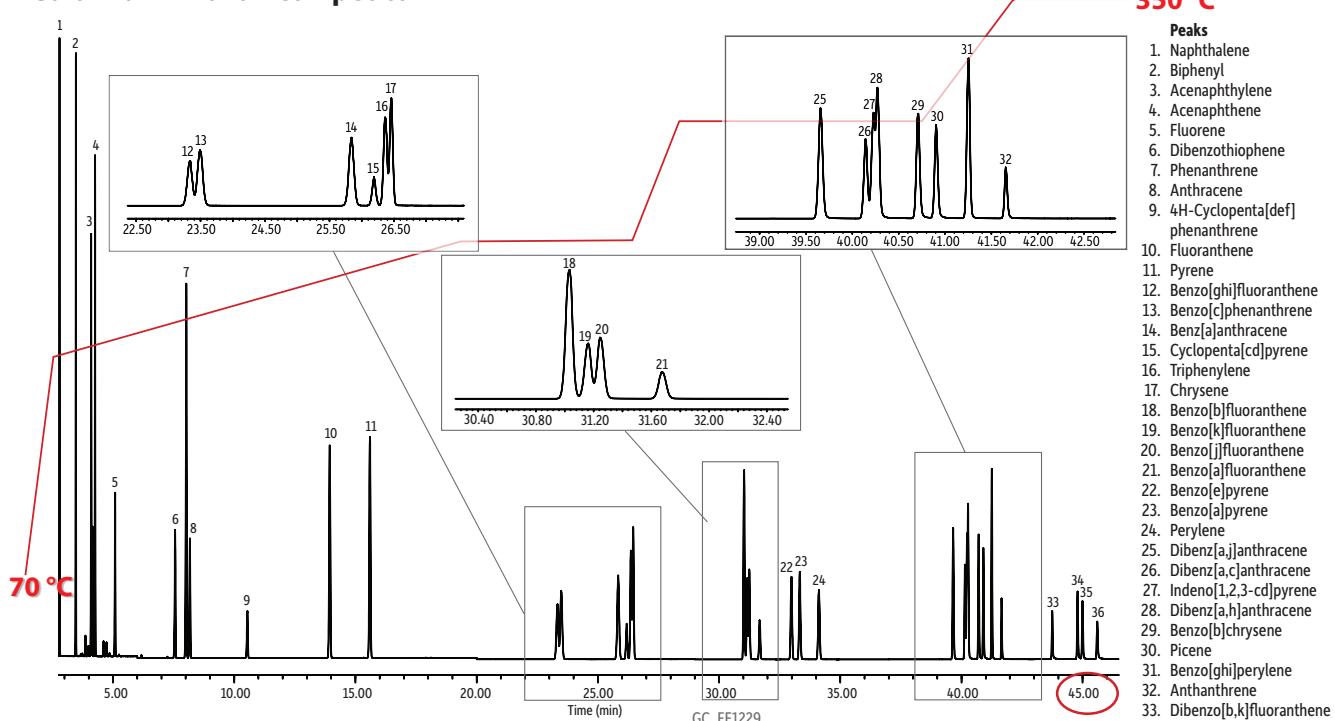
Figura 1: È possibile ottenere un'analisi più rapida e lineare utilizzando una colonna Rx[®]-PAH, che vanta una maggiore efficienza e selettività ottimizzata.

Colonna Rx[®]-PAH



Colonna: Rx[®]-PAH, 40 m, ID 0,18 mm, 0,07 µm (cat.# 49316); **Campione:** Mix PAH NIST SRM 2260a; Diluente: Toluene; Conc.: 0,2 - 2 µg/mL (il mix PAH SRM 2260a è stato diluito 5 volte in toluene); **Iniezione:** Vol. iniez.: 0,5 µL iniezione splitless pulsata (mantenimento 0,58 min); Liner: Restek Premium da 2 mm a cono singolo con lana (cat.# 23316.1); Temp. iniez.: 275 °C; Pressione di impulso: 80 psi (551,6 kPa); Tempo di impulso: 0,6 min; Flusso di spuro: 40 mL/min; **Forno:** Temp. forno: da 110 °C (mantenimento 1 min) fino a 210 °C a 37 °C/min, fino a 260 °C a 3 °C/min, fino a 350 °C a 11 °C/min (mantenimento 4,5 min); **Carrier Gas:** He, flusso costante; Velocità flusso: 1,4 mL/min; **Detector:** MS; Modalità: SIM. Per le condizioni complete dello strumento visita il sito www.restek.com e inserisci "GC_FF1223" nella barra di ricerca. **Linea rossa** = programma di temperatura del forno.

Colonna PAH di un competitor



Condizioni stabilite in base alle raccomandazioni del produttore della colonna. **Colonna:** Fornitore A Colonna PAH, 30 m, ID 0,25 mm, 0,15 µm; **Iniezione:** Vol. iniez.: 1,0 µL splitless (mantenimento 1,0 min); **Forno:** Temp. forno: Da 70 °C (tempo di mantenimento 0,7 min) fino a 180 °C a 85 °C/min fino a 230 °C a 3 °C/min (tempo di mantenimento 7 min) fino a 280 °C a 28 °C/min (tempo di mantenimento 10 min) fino a 350 °C a 14 °C/min (tempo di mantenimento 4 min); **Carrier Gas:** He, flusso costante; Velocità flusso: 2,0 mL/min; **Detector:** MS. Per le condizioni complete dello strumento visita il sito www.restek.com e inserisci "GC_FF1229" nella barra di ricerca.

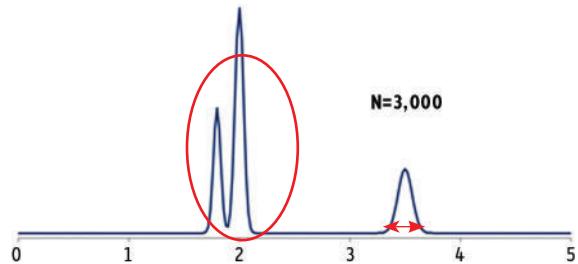
Migliore separazione dei PAH alimentari fondamentali e minori interferenze con una colonna più efficiente

Per qualsiasi analisi che comporti un rischio elevato di interferenze isobariche che eluiscono vicino ai composti di interesse, come nel caso dell'analisi dei PAH, si impone la massima efficienza. L'efficienza è una funzione della larghezza del picco, e le colonne più efficienti producono picchi più stretti, che a loro volta sono anche più alti, il che implica che non solo aumenta la risoluzione tra i composti che eluiscono vicini, ma migliora anche la sensibilità. Come illustrato nella Figura 2, le colonne a efficienza più elevata consentono una separazione dei composti decisamente più efficace, a prescindere dalla selettività della fase stazionaria, migliorando anche la risposta del picco, il che è cruciale per le analisi in tracce come quelle dei PAH negli alimenti.

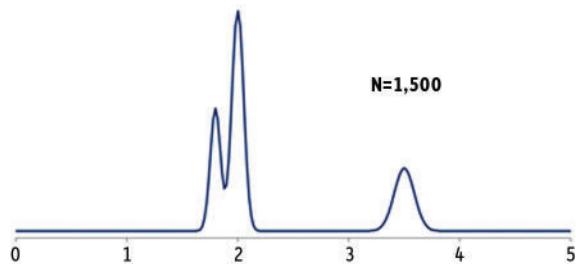
Figura 2: L'elevata efficienza consente di separare i composti a prescindere dalla selettività della colonna. Le colonne Rxⁱ-PAH ad alta efficienza garantiscono migliori separazioni e risposte del picco, necessarie per la riuscita delle analisi dei PAH.

A. Separazione più efficiente

**Le colonne più efficienti
consentono di ottenere picchi
alti e stretti, nonché migliori
separazioni e risposte.**



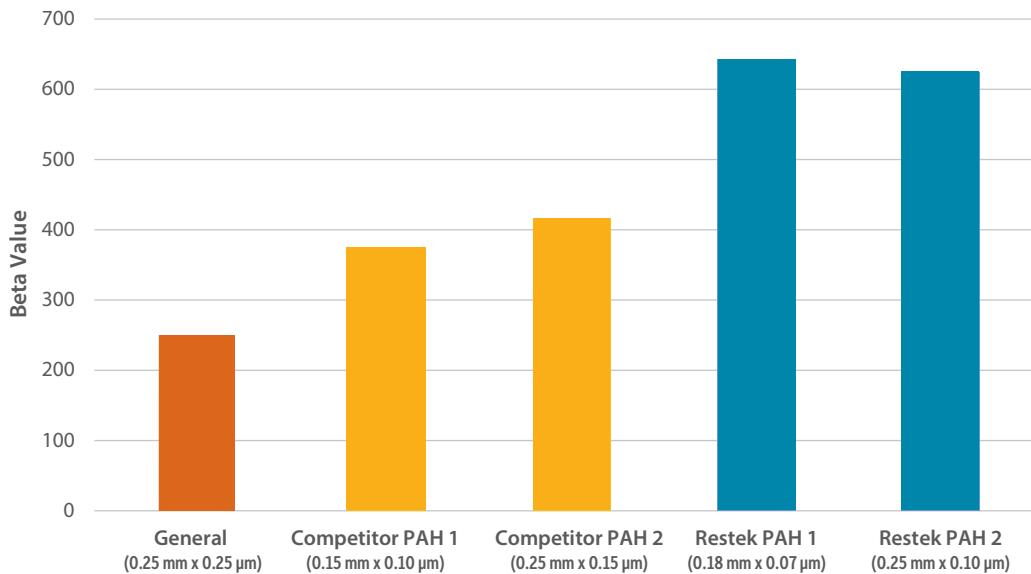
B. Separazione meno efficiente



Le colonne Rxⁱ-PAH di Restek sono state sviluppate con film sottili stabilizzati, ottimizzati appositamente per aumentare l'efficienza. I film più sottili aumentano l'efficienza delle colonne, perché consentono un tasso di trasferimento di massa più elevato rispetto ai film più spessi. Il valore beta, o rapporto di fase, è correlato all'efficienza e dipende dal rapporto tra l'ID della colonna e lo spessore del film. Le colonne con un film più sottile hanno valori beta più elevati e pertanto sono più efficienti. Restek ha sviluppato la colonna Rxⁱ-PAH con un film molto sottile, mantenendo al contempo la robustezza richiesta per le matrici difficili (vedere i dati sulla robustezza a pagina 7). I valori beta per tutte le configurazioni sono > 600, ovvero significativamente più alti rispetto alle colonne PAH di altri produttori e anche, come riferimento, più alti rispetto alle colonne per uso generico con ID di 0,25 mm e spessore del film di 0,25 μm (Figura 3).

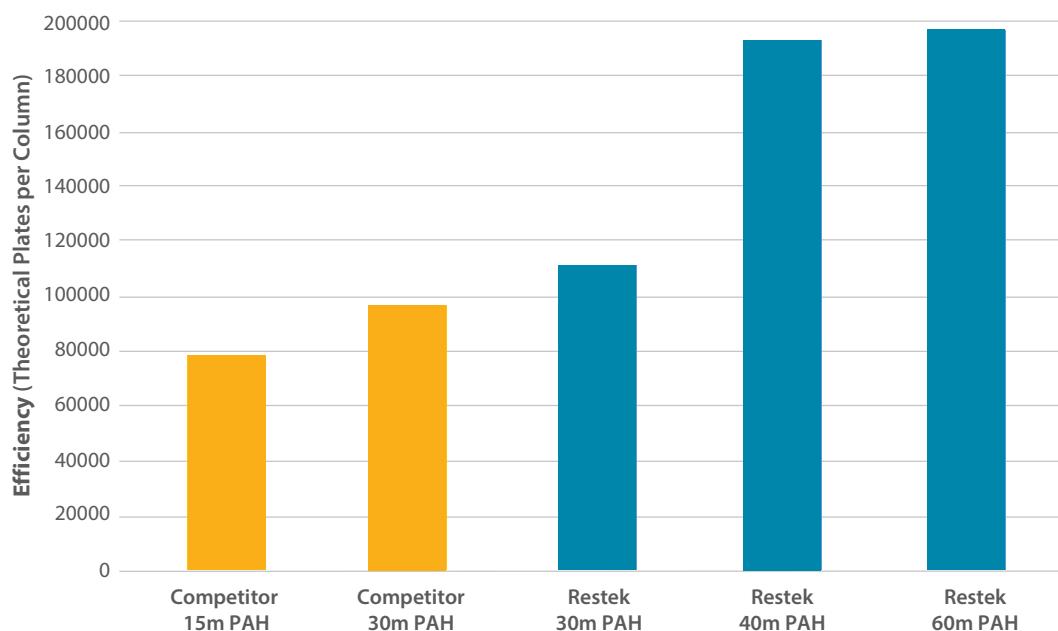
**Le colonne Rxⁱ-PAH sono
le colonne PAH più efficienti
sul mercato, e una migliore
efficienza garantisce la risoluzione
ottimale dei composti critici.**

Figura 3: Le colonne Rxⁱ-PAH di Restek hanno valori beta più alti rispetto alle colonne PAH dei competitor, a garanzia della massima efficienza.



L'efficienza della colonna si può misurare con il numero di piatti teorici, che è direttamente proporzionale alla larghezza del picco. Grazie allo spessore del film e ai valori beta ottimizzati, le colonne Rxⁱ-PAH di Restek® hanno tra 14.000 e 98.000 piatti teorici *in più* per colonna rispetto alle colonne dei competitor, il che consente la separazione dei composti critici che eluiscono vicini (Figura 4).

Figura 4: Le colonne Rxⁱ-PAH di Restek hanno più piatti teorici rispetto alle colonne PAH dei competitor, consentendo migliori separazioni.

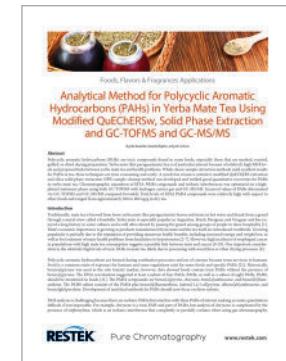
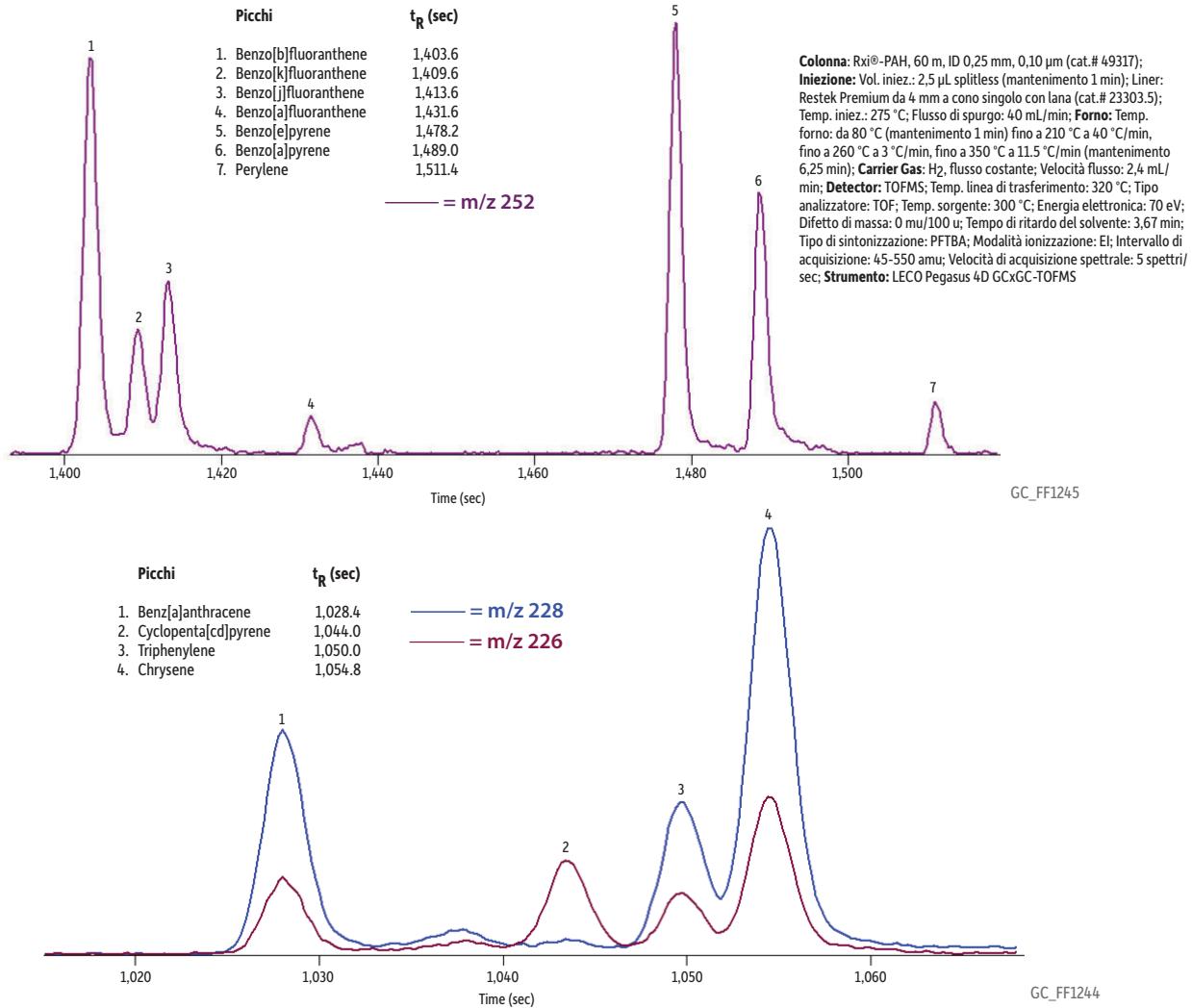


Come riferimento, una colonna a polarità media tradizionale ha 105.000 piatti.

La migliore selettività delle colonne Rxⁱ-PAH consente di separare tutti i PAH PAH4 EFSA prioritari da possibili interferenze

Oltre alla massima efficienza, per la riuscita delle analisi dei PAH occorre anche una selettività ottimizzata, soprattutto quando bisogna separare i composti PAH4 EFSA crisene e benzo[b]fluorantene dai PAH isobarici interferenti. Se alcune colonne sono in grado di separare uno di questi PAH fondamentali, nessuna colonna separa il crisene e il benzo[b]fluorantene dalle rispettive interferenze meglio della colonna Rxⁱ-PAH. Per esempio, le fasi a basso contenuto di fenile (come le colonne di tipo 5) risolvono il trifenilene e il crisene, ma non il benzo[b]fluorantene e il benzo[j]fluorantene. Per converso, le fasi a maggiore contenuto di fenile (come le colonne di tipo 17) consentono di ottenere una buona separazione tra il benzo[b]fluorantene e il benzo[j]fluorantene, ma la separazione del trifenilene/crisene è gravemente compromessa. Invece la colonna Rxⁱ-PAH attesta una separazione eccellente sia del trifenilene e crisene, come pure di tutti i benzofluoranteni. Come illustrato nella Figura 5, questa colonna garantisce le separazioni eccezionali richieste per una quantificazione precisa, persino in matrici complesse come il tè. Grazie alla selettività ottimizzata, il metodo e le colonne Rxⁱ-PAH consentono di ottenere in breve tempo risultati accurati e affidabili anche con le matrici alimentari difficili che possono essere disturbate in misura significativa dalle interferenze dovute ai PAH.

Figura 5: L'eccellente separazione dei PAH significativi da possibili interferenze sulla colonna Rxⁱ-PAH garantisce risultati accurati.



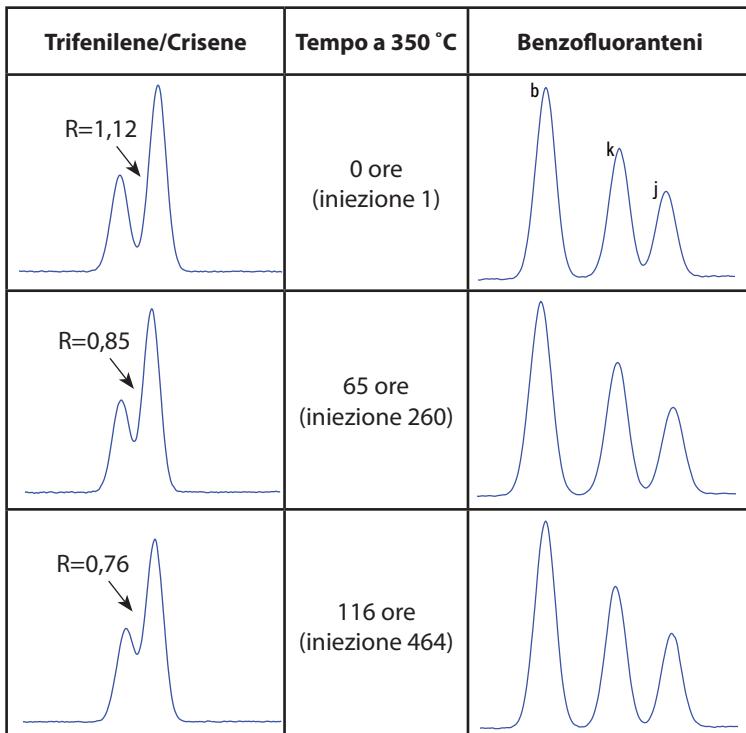
Ottieni il nostro metodo

Scarica la nota applicativa completa di Restek sull'analisi dei PAH nel tè.
Visita il sito www.restek.com
e inserisci "FFAN2086-UNV"
nella barra di ricerca.

Riduzione dei tempi di inattività dovuti alla sostituzione della colonna: le robuste colonne Rxⁱ-PAH resistono alle alte temperature e alle matrici difficili

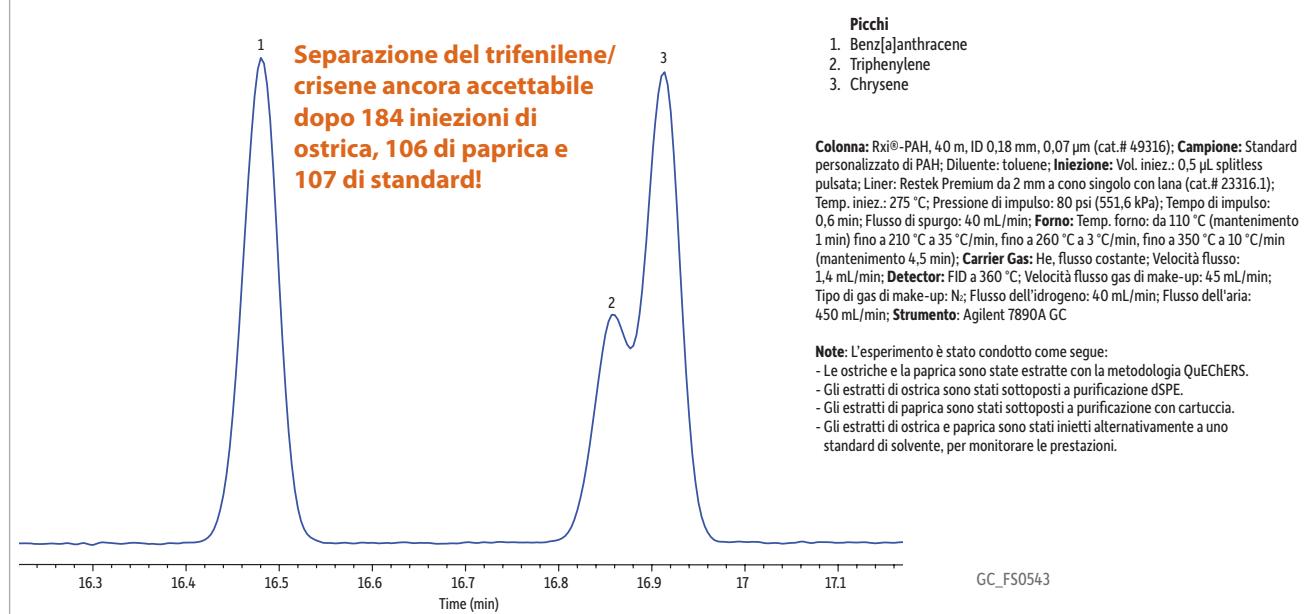
Anche se le colonne a film sottile sono molto efficienti, in certi casi possono essere meno robuste delle colonne a film più spesso. Per contro, grazie alla robustezza della sua fase stazionaria arilénica stabilizzata e legata, la colonna Rxⁱ-PAH può resistere alle alte temperature necessarie per eluire i PAH più pesanti (per esempio, 302 m/z). A dimostrazione, sono state effettuate iniezioni ripetute di standard di PAH, con un tempo di mantenimento isotermico finale di 4,5 minuti a 350 °C. La Figura 6 mostra che, persino dopo 464 iniezioni e un totale di 116 ore a 350 °C, è stata mantenuta una risoluzione accettabile tra il trifilenile/crisene e i benzofluoranteni. Infatti, dopo 464 iniezioni, la colonna Rxⁱ-PAH comincia appena ad avvicinarsi alle prestazioni della nuova specifica di risoluzione della concorrenza per il trifilenile/crisene. Queste colonne sono anche abbastanza robuste per resistere a ripetute iniezioni di matrici campione sporche. Come illustrato nella Figura 7, le colonne Rxⁱ-PAH mantengono prestazioni eccellenti per la separazione del trifilenile/crisene persino dopo 184 iniezioni di estratto di ostrica e 106 iniezioni di estratto di paprica (Figura 7).

Figura 6: Anche dopo una permanenza prolungata a temperature elevate, le colonne Rxⁱ-PAH consentono una separazione eccellente dei PAH fondamentali, facendo risparmiare tempo prezioso dovuto alla manutenzione e sostituzione della colonna.



Colonna: Rxⁱ-PAH, 40 m, ID 0,18 mm, 0,07 µm (cat.# 49316); **Campione:** Standard misto di PAH preparato a 10–40 µg/mL da materiali puri in toluene; **Iniezione:** 0,5 µL splitless pulsata (mantenimento 0,58 min); Liner: Restek Premium da 2 mm a cono singolo con lana (cat.# 23316.1); Temp. iniez.: 275 °C; Pressione di impulso: 80 psi (551,6 kPa); Tempo di impulso: 0,6 min; Flusso di spurgo: 40 mL/min; **Temp forno:** da 110 °C (mantenimento 1 min) fino a 210 °C a 35 °C/min, fino a 260 °C a 3 °C/min, fino a 350 °C a 10 °C/min (mantenimento 15 min); **Carrier Gas:** He, flusso costante; **Velocità flusso:** 1,4 mL/min; **Detector:** FID a 360 °C.

Figura 7: Una buona separazione del trifilenile e del crisene è mantenuta anche dopo ripetute iniezioni di estratti sporchi.



Garantisci la riuscita delle analisi dei PAH con la colonna Rxⁱ-PAH

Che tu debba analizzare elenchi completi o concentrarti sui PAH4 EFSA, la colonna Rxⁱ-PAH garantisce la massima riuscita grazie alla sua efficienza, selettività e robustezza che la rende migliore di tutti gli omologhi della concorrenza.

Inoltre ogni colonna Rxⁱ-PAH è stata testata con successo anche nelle separazioni critiche, per garantire prestazioni stabili tra una colonna e l'altra. Scegli la configurazione ideale per la tua applicazione e otterrai risultati accurati con i PAH senza distorsioni dovute alle interferenze.

| Cat.# | Lunghezza | ID | df | Descrizione |
|-------|-----------|---------|---------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 49316 | 40 m | 0,18 mm | 0,07 µm | Diametro interno stretto, film più sottile, analisi più veloce, eccellente separazione dei PAH significativi, minore capacità di carico del campione |
| 49317 | 60 m | 0,25 mm | 0,10 µm | Diametro interno di 0,25 mm, maggiore capacità di carico del campione, migliore risoluzione dei PAH significativi, analisi più lunga rispetto alla colonna da 0,18 mm, film sottile che consente l'eluizione dei dibenzopireni |
| 49318 | 30 m | 0,25 mm | 0,10 µm | Diametro interno di 0,25 mm, maggiore capacità di carico del campione, tempo di analisi più veloce rispetto alla colonna di 60 m, buona risoluzione dei PAH significativi, costo della colonna inferiore |

Abbina la colonna Rxⁱ-PAH agli standard di riferimento certificati



Standard di PAH EU 15+1 (16 componenti)

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 di ogni composto in toluene, 1 mL/ampolla
cat.# 32470 (cad.)

Standard per interferenze di PAH (5 componenti)

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
In toluene, 1 mL/ampolla
cat.# 32472 (cad.)

Standard di PAH4 EFSA (4 componenti)

Benz[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 di ogni composto in toluene, 1 mL/ampolla
cat.# 32469 (cad.)