

# THE RESTEK ADVANTAGE

La Visione diventa Realtà

vol. 043

## Semplificate l'Analisi di Paraquat/Diquat e Migliorate la Sensibilità

**Novità!** Usando una Colonna HPLC Ultra Quat, una Fase Mobile Semplice ed un Nuovo Processo di Estrazione

- Ritenzione e simmetria del picco consistenti, senza usare le costose colonne a scambio ionico.
- Eliminazione di fasi mobili complicate con miglioramento del 30% della sensibilità.
- Preparazione del campione semplificata e miglioramento dei limiti di rivelabilità.

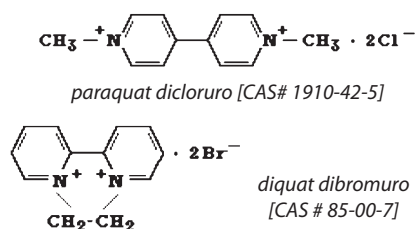
Il paraquat (metil viologeno) e il diquat sono erbicidi non selettivi per contatto, ampiamente impiegati in agricoltura per controllare le latifoglie e le erbe grasse (l'uso del Paraquat è limitato negli Stati Uniti). Le due ammine quaternarie permanentemente cariche (Figura 1) sono altamente solubili in acqua. Esse sono anche estremamente tossiche e l'ingestione di ciascuno dei due composti può causare seri danni.

I composti carichi sono difficili da trattare usando la normale HPLC in fase inversa, perciò sono stati sviluppati metodi in fase inversa con coppia ionica, come il Metodo EPA 549, oltre a colonne specifiche. Un approccio molto diffuso è quello di collegare una colonna per scambio ionico con un reattore post-colonna che crea un complesso fluorescente. La rivelazione è molto sensibile, tuttavia sia le colonne, il cui costo può superare i 1000€, sia il sistema di derivatizzazione post-colonna oltre al fluorimetro sono molto costosi. Il sistema può superare il budget dei laboratori più piccoli. Inoltre, qualsiasi metodo che coinvolga un agente di coppia ionica è soggetto a problemi di scarsa riproducibilità a causa della complessità del meccanismo chimico e della variabilità tra i produttori di colonne HPLC.

Adesso i chimici della Restek hanno sviluppato un'analisi semplice, efficace ed affidabile per il

**Figura 1**

Le strutture chimiche di paraquat e diquat.



paraquat ed il diquat, basata su una nuova colonna HPLC, la Ultra Quat, ed una fase mobile esclusiva. L'analisi può essere eseguita su un sistema HPLC convenzionale con un altrettanto convenzionale rivelatore UV. Al posto di tecniche che si affidano all'idrofobicità della colonna ed alla forza della fase mobile, questa separazione sfrutta una proprietà analitica diversa: il caotropismo, cioè la capacità di rompere la struttura solvatante dell'acqua alterando le interazioni tra analita, fase mobile e fase stazionaria. In questo caso l'obiettivo è di promuovere la solubilità dei due analiti altamente polari in un substrato secondario (la fase stazionaria). In altri termini, noi forziamo la nota regola chimica "simile scioglie simile".

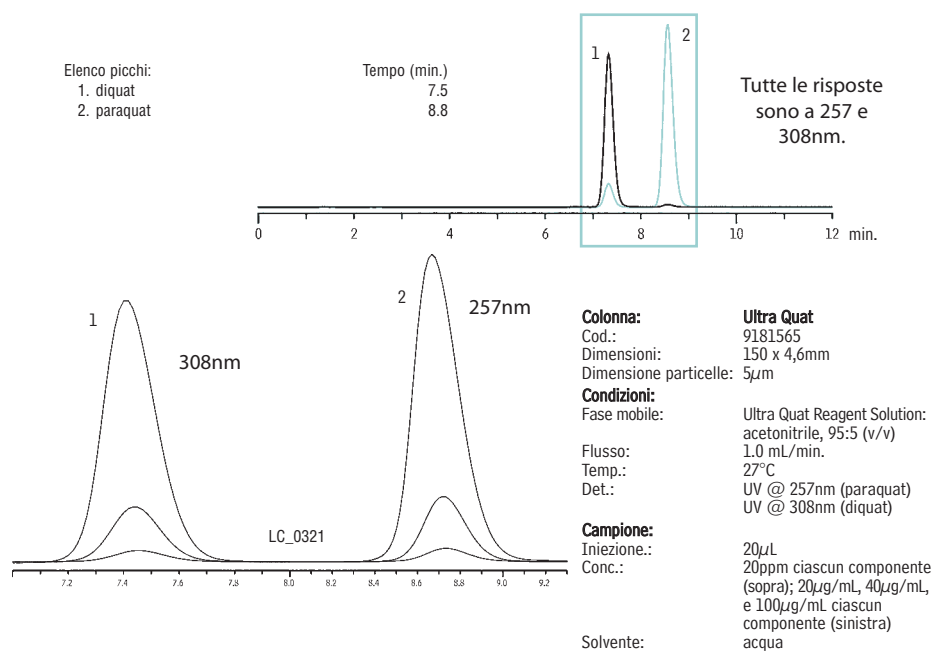
### In Questo Numero

Analisi HPLC di Paraquat/Diquat Migliorata	1-2
Analisi Rapida di Ftalati con una Colonna Rtx®-5Sil MS	3
Nuova Colonna GC per Pesticidi e IPA	4-5
Analisi Rapida di Solventi Residui	6-7
Miglioramento nell'Analisi Dettagliata di Idrocarburi	8-9
Miscele di Riferimento per il Metodo della Farmacopea Europea	9
Analisi GC/MS più Veloce di Volatili Organici in Acqua	10-11
Nuovi Libri di Riferimento Restek	11
Nuovi Materiali di Riferimento Ambientali	12
Sostituzione di Colonne in GC/MS in Pochi Minuti, Senza Aerazione	13
Innovazioni Strumentali	14
Peak Performers	15
Lampade di Ricambio per Rivelatori HPLC	16

L'impaccamento della nuova colonna Ultra Quat è basato su una silice di tipo B per assicurare la selettività più adatta oltre alla ritenzione dell'analita, e per ridurre al minimo i silanoli residui e gli ioni metallici sulle particelle dell'impaccamento. Questi ultimi potrebbero interagire con gli analiti e causare scodamenti e ritenzione indesiderata (e spesso imprevedibile).

**Figura 2**

Risoluzione, tempi di ritenzione e simmetria di picco consistenti per gli standard di riferimento di paraquat e diquat, usando una colonna Ultra Quat.



La soluzione che usiamo nella fase mobile, la "Ultra Quat Reagent Solution" (Cod. 32441), altera la natura chimica degli analiti per come essa viene percepita dalla colonna e dalla fase mobile. Essa riduce la capacità dell'acqua di solvare gli analiti e di formare con essi ponti idrogeno, forzando i complessi carichi verso la fase stazionaria e migliorando la ritenzione.

A differenza delle tecniche di coppia ionica, il nostro nuovo approccio richiede solo acqua, la Soluzione Reagente Ultra Quat e l'acetonitrile (che non può formare legami idrogeno) per eseguire la separazione. Per ottenere la massima sensibilità, monitoriamo il paraquat a 257nm ed il diquat a 308nm. Usando la nuova colonna, la fase mobile e le condizioni indicate, il limite di rivelabilità per ciascun erbicida è di 6ppb nell'estratto finale, corrispondente ad una quantità rilevabile in colonna di 0,12 nanogrammi. I dati sono riassunti in Tabella 1. Usando la procedura di estrazione SPE di Tabella 2, che concentra il campione di 200 volte (1L a 5mL), il limite di rivelabilità diventa 0,03ppb: un miglioramento significativo rispetto al metodo attuale. Le concentrazioni di analita possono essere aumentate modificando la procedura

**Tabella 1**

Limiti di rivelazione/quantificazione approssimativi per paraquat e diquat, con una colonna Ultra Quat.

Limiti di rivelazione in colonna (LOD): 0,12ng  
Limite di quantificazione in colonna (LOQ): 1.2ng

Volume Campione (mL)	Volume Iniezione (µL)	Limite di Rivelazione (ppb)	Limite di Quantificazione (ppb)
1	20	6	20
100	20	0.06	0.2
250	20	0.024	0.08
1000	20	0.006	0.02
1	100	1.2	4
100	100	0.012	0.04
250	100	0.0048	0.016
1000	100	0.0012	0.004
1	200	0.6	2
100	200	0.006	0.02
250	200	0.0024	0.008
1000	200	0.0006	0.002

**Colonne HPLC Ultra Quat**

**Physical Characteristics:**

Diametro particelle: 5µm, sferiche  
Intervallo di pH: da 2,5 a 7,5  
Limite di temperatura: 80°C



Colonna da 5µm, 4,6mm ID	Cod.
150mm	9181565

**Cartucce di Guardia Ultra Quat**

Lunghezza	4.0mm ID	Cod.
10mm		918150210
20mm		918150220

SPE o aumentando il volume di iniezione, per migliorare la quantificazione e i limiti di rivelabilità.

La Figura 2 sovrappone i cromatogrammi degli standard di riferimento di paraquat e diquat in un intervallo di concentrazione da 20µg/mL a 100µg/mL. La risoluzione, i tempi di ritenzione e la simmetria del picco sono altamente consistenti. Le concentrazioni fino a 100µg/mL sono consistenti e con risposte del rivelatore lineari.

Notate che la vetreria usata per preparare e analizzare i campioni e i materiali di riferimento per queste analisi deve essere disattivata (ad es. con dimetildiclorosilano DMDCS, Cod. 31840). Il Metodo EPA 549.2 richiede che i campioni vengano ri-analizzati se la risposta degli standard di riferimento cambia di più del 20% durante le analisi. Abbiamo riscontrato che tutti gli standard di riferimento subiscono degradazione dopo solo 1 ora in vetreria non trattata, e ciò riguarda maggiormente le concentrazioni più basse. Una diminuzione del 30% nella risposta non è infrequente; una standard di diquat a 6ppb in acqua è diventato addirittura non rivelabile.

Quando eseguite la difficile analisi di

paraquat/diquat la nostra nuova colonna Ultra Quat, la soluzione Ultra Quat Reagent Solution, la miscela di calibrazione Paraquat/Diquat, e la procedura di estrazione vi forniranno la base necessaria per ottenere il dato più accurato e consistente.

**Riassunto**

I composti altamente polari paraquat e diquat non si riescono a separare con una colonna HPLC a fase inversa senza l'aggiunta di un modificante di coppia ionica alla fase mobile. Tuttavia l'accoppiante ionico del metodo attuale non fornisce una risoluzione ottimale e non permette una rivelazione al di sotto di 0,7µg/mL. Noi abbiamo sviluppato una colonna ed una fase mobile per una rapida e completa risoluzione di paraquat e diquat, con rivelazione a concentrazioni fino a 0,5µg/mL, cioè con un aumento del 30%.

**Tabella 2**

Estrazione in fase solida di diquat e paraquat da campioni acquosi.

**Estrazione del Campione**

Cartucce SPE:	Restek WCX, debole scambiatore cationico, 3mL/500mg, Cod. 26062.
Campioni:	1L di acqua distillata contenente 50µg ciascuno di diquat e paraquat. Campioni arricchiti con 20µL di Miscela di Calibrazione 549.2, Cod. 32437, diluita con acqua grado HPLC.
Condizionamento:	3mL di acetonitrile, poi 3mL di acqua distillata, in sequenza. Non lasciare andare a secco il letto adsorbente prima che venga applicato il campione.
Estrazione:	Passare 1 litro di campione acquoso attraverso la cartuccia SPE ad una velocità di 5-10mL/min. Preparare dei recipienti di raccolta da 5mL sistemati sotto le cartucce. Mettere 1mL di soluzione di eluizione acida* in ciascuna cartuccia, lasciare che diffonda nel letto, e aspettare per circa 1 minuto. Passare la soluzione ad una velocità bassa (goccia a goccia) attraverso le cartucce SPE nei recipienti di raccolta. Ripetere con 2 x 2mL di soluzione di eluizione acida. Correggere il volume finale nei recipienti di raccolta a 5mL con la stessa soluzione di eluizione acida.
Analisi:	Neutralizzare gli eluati con circa 20µL di ammonio idrossido concentrato, poi analizzarlo in HPLC. Aggiustare la quantità di idrossido di ammonio usato per assicurarsi che ogni campione sia neutro (verificare il pH con indicatore).

\*1mL di H3PO4 85% diluito in 1 litro di acqua distillata di grado HPLC (0.1%).

**Risultati**

Analita	Recupero (%)	RSD (%)
diquat	99.0	0.89 (n=5)
paraquat	96.3	1.59 (n=5)

I campioni estratti sono conservati ed analizzati in vial per auto-campionatore in Silcotee™ CL7 (Cod. 24671). Possono essere usati anche vial in Polipropilene (es. Cod. 24651).

**Soluzione di Reagente Ultra Quat**

Ciascuno
In acqua, 20mL/fiala
32441

**Miscela di Calibrazione di Paraquat e Diquat**

diquat dibromuro	paraquat dicloruro
Ciascuno	
1,000µg/mL ciascuno in acqua, 1mL/fiala	
32437	

**Cartucce per Estrazione in Fase Solida WCX**



3mL/500mg, 50-conf., Cod. 26062

**certificazione "data pack" gratuita**

Ora Restek offre gratuitamente le certificazioni "Data Pack" scaricabili dal sito per tutti i materiali di riferimento. È sufficiente inserire il numero di codice ed il numero di serie relativi al prodotto ordinato per ottenere un file PDF stampabile.

# Analisi GC/MS di Ftalati e Adipati in Acqua Potabile

con le Nuove Miscele di Riferimento Restek ed una Colonna a Bassa Cessione

- Le nuove miscele di calibrazione e di verifica del controllo qualità portano ad un risparmio di tempo e di risorse per la preparazione.
- Linea di base stabile con la colonna Rtx®-5Sil MS: nessuna interferenza con rivelatore sensibile.
- Analisi rapida, risoluzione eccellente.

Gli ftalati sono diventati di notevole interesse a causa del massiccio uso che ne viene fatto nella produzione di beni di largo consumo, prevalentemente come plastificanti, e ciò porta ad un rischio di esposizione diffuso ed a potenziali contaminazioni ambientali. Negli Stati Uniti l'Agenzia per la Protezione Ambientale (EPA) ha stabilito degli standard rigidi per due di questi composti semivolatili: il bis(2-etil-esil)ftalato ed il bis(2-etil-esil)adipato, come agenti potenzialmente cancerogeni. Poiché anche la sola presenza di tracce potrebbe pregiudicare la qualità dell'acqua, l'obiettivo è di estrarre i composti in modo efficiente ed identificarli con accuratezza. Il metodo EPA 506 offre una procedura per l'estrazione, l'identificazione e la quantificazione di sette tra ftalati e adipati nell'acqua potabile, usando un'estrazione liquido/liquido (metilene cloruro/esano) o liquido/solido (dischi octadecil-C18, es. Restek Cod. 24004), concentrazione dell'estratto ad 1mL ed analisi in gas cromatografia/spettrometria di massa.

Abbiamo sviluppato due nuovi materiali di riferimento per le analisi degli ftalati e degli adipati previsti dal Metodo 506. La Miscela di Calibrazione 506 è preparata in isotano a 1000µg/mL, come da raccomandazioni del metodo, mentre la Miscela di Riferimento 506 per la Valutazione delle Prestazioni del Laboratorio è in metanolo grado purge-and-trap a x10<sup>5</sup> il limite di rivelazione del metodo (MDL) per ciascun analita.

## Colonne Rtx®-5Sil MS (silice fusa)

(Selettività equivalente ed una Crossbond® 5% difenil / 95% dimetil polisilossano) (limiti di temp. -60°C / 330°C)

30 metri, 0.25mm ID 0.25µm df  
Cod. 12723



## Dischi SPE Resprep™-C18 e Resprep™-C8

- Dischi da 47mm in fibra di vetro con incorporata silice C18 o C8.
- Per l'estrazione di composti organici semivolatili.
- La geometria a poro profondo riduce le ostruzioni e permette maggiori velocità di flusso.
- Soddisfa i requisiti dei Metodi US EPA 525.1, 506, 550.1 e 549.1.
- Costo inferiore rispetto ai dischi in Teflon®.

Descrizione	q.tà	Cod.
Dischi SPE Resprep™-C18 47mm	20-conf.	24004
Dischi SPE Resprep™-C8 47mm	24-conf.	24048

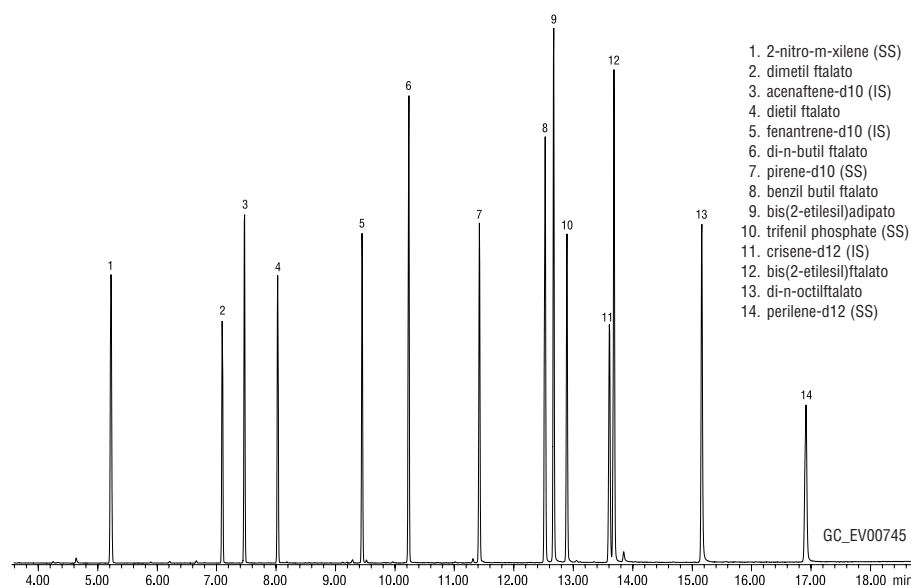
Nella nostra ricerca di migliore cromatografia e di limiti di rivelazione inferiori per questa ed altre analisi, abbiamo sviluppato una serie di fasi stazionarie polimeriche a bassa cessione, usando la tecnologia Crossbond®. Grazie alla linea di base stabile anche ad alte temperature, queste fasi permettono di raggiungere rapporti segnale/rumore più elevati, e, quindi maggiore sensibilità.

Il Metodo EPA 506 suggerisce di valutare i bassi livelli di ftalati e adipati usando un rivelatore a

fotoionizzazione. Il metodo permette anche altri tipi di rivelazione, tuttavia a patto che possa essere dimostrata una prestazione equivalente. La Figura 1 mostra un'analisi GC/MS di ftalati e adipati, usando una colonna Rtx®-5Sil MS. La cessione della colonna è bassa, anche ad una temperatura del forno di 310°C, necessaria per eluire gli ftalati a più alta temperatura di ebollizione. A questa temperatura la cessione di una colonna non stabile potrebbe avere un effetto significativo sui limiti di rivelazione. La temperatura iniziale di 80°C e la programmata termica di 18°C/min assicurano un'analisi rapida, senza rinunciare alla risoluzione. Sono stati usati gli standard interni e surrogati del Metodo EPA 525.2 poiché il metodo non specifica composti specifici da monitorare.

Nell'analisi di ftalati e adipati, una colonna a bassa cessione Rtx®-5Sil MS può aumentare i limiti di rivelazione ed aiutarvi ad assicurare dati affidabili per i vostri campioni.

**Figura 1** Analisi rapida di ftalati con eccellente risoluzione, usando una colonna Rtx®-5Sil MS.



## Miscela di Controllo 506 delle Prestazioni del Laboratorio

benzil butil ftalato	250µg/mL	di-n-octil ftalato	650
bis(2-etilesil)adipato	1200	dietil ftalato	100
bis(2-etilesil)ftalato	250	dimetil ftalato	100
di-n-butil ftalato	100		

### Ciascuno

In metanolo P&T, 1mL/fiala

31844

## Miscela di Calibrazione 506

benzil butil ftalato	di-n-octil ftalato
bis(2-etilesil)adipato	dietil ftalato
bis(2-etilesil)ftalato	dimetil ftalato
di-n-butil ftalato	

### Ciascuno

1,000µg/mL ciascuno in isotano, 1mL/fiala

31845

Colonna: Rtx®-5Sil MS, 30m, 0.25mm ID, 0.25µm (Cod. 12723)  
 Campione: 506 Calibration Mix, ciascun analita a 1000µg/mL (Cod. 31845)  
 Method 525.2 Internal Standard Mix (Cod. 31825)  
 Method 525.2 Surrogate Standard Mix (Cod. 31826)  
 Iniezione: 1.0µL, 20ppm di ciascun analita usando un liner "4mm splitless single gooseneck" (Cod. 20799) tempo di chiusura split 0,40 min., pulsazione pressione 0,45 min. @ 50psi Agilent 6890  
 GC: 270°C  
 Temp. Ini.: 270°C  
 Carrier gas: elio, flusso costante  
 Flusso: 1.0mL/min.  
 Temp. Forno: 80°C (per 0,5 min.) fino a 260°C @ 18°C/min., a 310°C @ 6°C/min. (per 1 min.)  
 Det.: Agilent 5973 GC/MS  
 Temp. transfer line: 280°C  
 Intervallo scansione: 35-550 amu  
 Ritardo Solvente: 3 min.  
 Calibrazione: DFTPP

## certificazione "data pack" gratuita

Ora Restek offre gratuitamente le certificazioni "Data Pack" scaricabili dal sito per tutti i materiali di riferimento. È sufficiente inserire il numero di codice ed il numero di serie relativi al prodotto ordinato per ottenere un file PDF stampabile.

novità!

# Analisi Doppia-Colonna Rapida di Pesticidi o IPA

Usando una Colonna Capillare Rtx®-440

- Analisi di 20 pesticidi organoclorurati in meno di 9 minuti.
- Analisi di 16 IPA in 22 minuti.
- Nuova colonna a bassa cessione e alta risoluzione ideale per analisi su doppia colonna.

I dosaggi di pesticidi organoclorurati o idrocarburi policiclici aromatici (IPA), frequentemente eseguiti con analisi GC, sono critici e spesso i più difficili. I problemi che possono sorgere comprendono la decomposizione del campione e la scarsa linearità, oltre a richiedere spesso lunghi tempi di calibrazione. Oltre ai problemi riguardanti l'analisi, gli analisti devono preoccuparsi della reattività della colonna e della cessione, che può influen-

zare la sensibilità e la riproducibilità. Nelle analisi di IPA ci sono coppie critiche da risolvere e, poiché i campioni comprendono spesso degli idrocarburi interferenti, è solitamente richiesta una colonna di conferma. Ad aggravare questi problemi c'è la costante richiesta di processare più campioni in meno tempo.

Con la nuova colonna Rtx®-440, la Restek rende

disponibile un'ottima scelta per entrambe queste applicazioni esigenti.

**Pesticidi Organoclorurati:  
Analisi in meno di 10 minuti**

La Figura 1 mostra una separazione di 20 pesticidi organoclorurati comunemente ricercati, ottenuta in meno di 10 minuti utilizzando una colonna Rtx®-440. Solo l' $\alpha$ -clordano e l'endosulfan I (picchi 10 e 11) non sono separati alla linea di base. L'eccellente stabilità termica della colonna è dimostrata dalla linea di base sostanzialmente piatta, nel tratto tra la temperatura iniziale e la temperatura massima della programmata: 330°C. In un approccio a doppia colonna, per questa applicazione, una colonna Rtx®-440 può essere accoppiata ad una colonna Rtx®-CLPesticides2. Quest'ultima colonna fornisce una separazione ugualmente veloce (Figura 2) ed una risoluzione quasi equivalente, ma con un ordine di eluizione invertito per l'endrin aldeide ed il 4,4'-DDT (picchi 17 e 18). Collegando le due colonne con un connettore ad "Y" ed eseguendo l'iniezione su una precolonna da 5 metri a polarità intermedia, le due analisi possono essere condotte simultaneamente.

**Idrocarburi Policiclici Aromatici:  
Risoluzione alla Linea di Base per Coppie Critiche**

In Figura 3, i 16 IPA comunemente ricercati sono eluiti da una colonna Rtx®-440 in meno di 18 minuti. Le due coppie critiche, fenantrene/antracene (picchi 5 e 6) e benzo(a)antracene/crisene (picchi 9 e 10), sono risolti alla linea di base ed il benzo(b)fluorantene/benzo(k)fluorantene (picchi 11 e 12) e l'indeno(1,2,3-cd)pirene/dibenzo(a,h)antracene (picchi 14 e 15) sono pressoché completamente separati. Notate anche l'eccellente stabilità termica: la deriva della linea di base è trascurabile anche a 320°C. Risultati simili possono essere ottenuti usando una colonna Rtx®-5Sil MS o una Rtx®-CLPesticides2 ed un flusso costante, come mostrato nella sezione Applicazioni del nostro catalogo generale. Una colonna Rtx®-440 può essere accoppiata con ciascuna di queste altre colonne per ottenere un'analisi rapida doppia colonna – FID degli IPA comunemente ricercati.

## Condizioni per le Figure 1 e 2

**Campione:** Miscela di Pesticidi Organoclorurati AB #2 (Cod. 32292),  
2,4,5,6-tetracloro-m-xilene (ss) (Cod. 32027),  
decaclorobifenile(ss) (Cod. 32029), diluiti in esano, quantità in-colonna elencate in figura

**Iniezione:** 1.0µL splitless (per 0.75 min.), liner iniettore 4mm Drilled Uniliner® (Cod. 21055)

**Temp. Iniettore:** 225°C

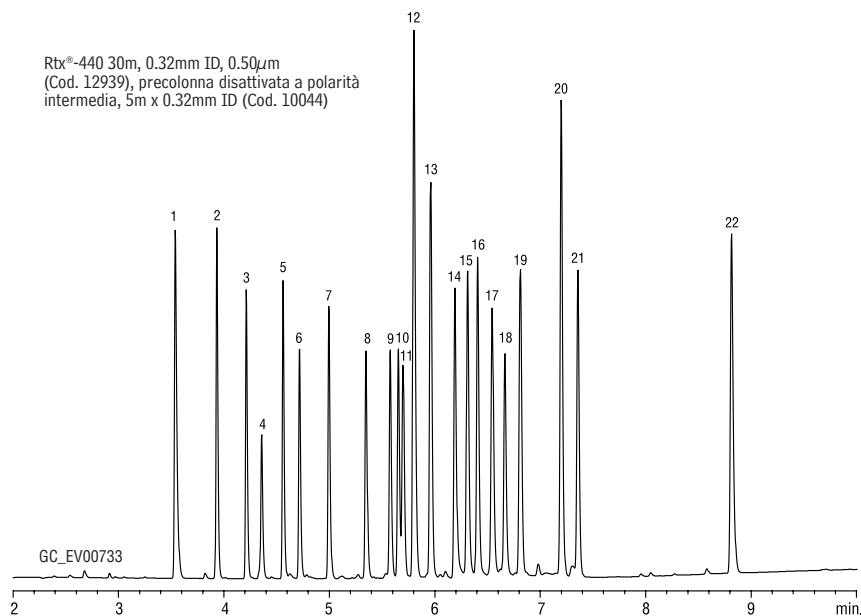
**Carrier gas:** idrogeno, pressione costante

**Velocità lineare:** 73cm/sec. (Rtx®-440) o 77cm/sec. @ 140°C (Rtx®-CLPesticides2)

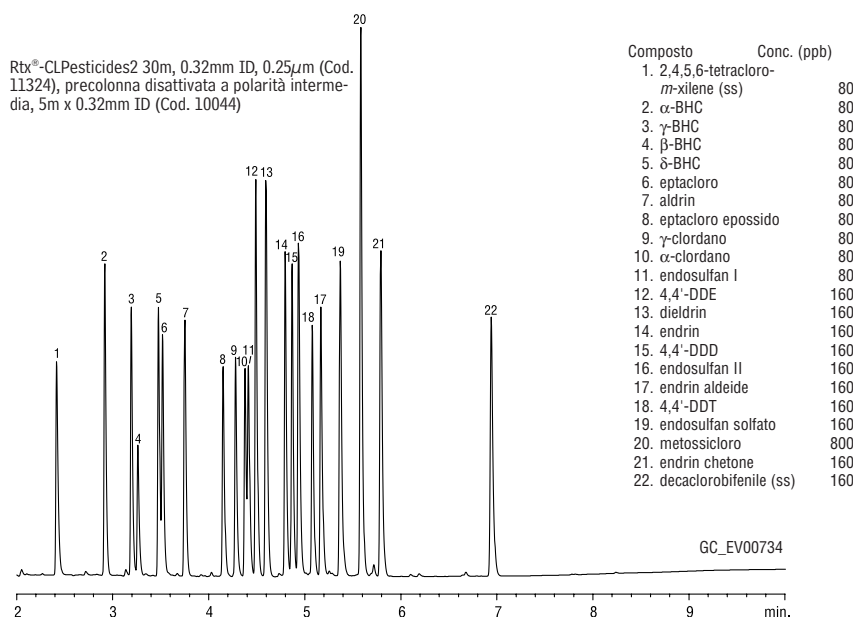
**Temp. Forno:** 140°C (per 0.5 min.) a 268°C @ 30°C/min., a 290°C @ 11°C/min., a 330°C @ 25°C/min. (per 5 min.)

**Det.:** ECD @ 320°C

**Figura 1** Separazione di 20 pesticidi organoclorurati in 9 minuti con una colonna Rtx®-440.



**Figura 2** Una colonna Rtx®-CLPesticides2 è complementare alla colonna Rtx®-440 nell'analisi Doppia-colonna di pesticidi organoclorurati.



## Conclusione

La nuova colonna Rtx®-440 è un'eccezionale aggiunta alla selezione di colonne innovative disponibile da Restek. La colonna mostra un'alta stabilità termica e, per i pesticidi organoclorurati, una selettività alternativa alla colonna Rtx®-CLPesticides2. Una colonna Rtx®-440 può essere accoppiata ad una colonna Rtx®-CLPesticides2 per assicurare tempi di analisi sotto i 10 minuti per pesticidi organoclorurati, oppure può essere usata come colonna di conferma, con una Rtx®-5SIL MS o una Rtx®-CLPesticides2, per analisi GC/FID di IPA.

### Pesticidi Organoclorurati Miscela AB #2

aldrin	8µg/mL	dieldrin	16
α-BHC	8	endosulfan I	8
β-BHC	8	endosulfan II	16
δ-BHC	8	endosulfan solfato	16
γ-BHC (lindane)	8	endrin	16
α-clordano	8	endrin aldeide	16
γ-clordano	8	endrin chetone	16
4,4'-DDD	16	eptacloro	8
4,4'-DDE	16	eptacloro epossido (B)	8
4,4'-DDT	16	metossicloro	80

Ciascuno

In esano:toluene (1:1), 1mL/fiala  
32292

### 2,4,5,6-Tetracloro-m-xilene

Ciascuno

200µg/mL in acetone, 1mL/fiala  
32027

200µg/mL in acetone, 5mL/fiala  
32028

### Decaclorobifenile(BZ #209)

Ciascuno

10µg/mL in isooctane, 1L/fiala  
32289

200µg/mL in acetone, 1mL/fiala  
32029

200µg/mL in acetone, 5mL/fiala  
32030

### certificazione "data pack" gratuita

Ora Restek offre gratuitamente le certificazioni "Data Pack" scaricabili dal sito per tutti i materiali di riferimento. È sufficiente inserire il numero di codice ed il numero di serie relativi al prodotto ordinato per ottenere un file PDF stampabile.

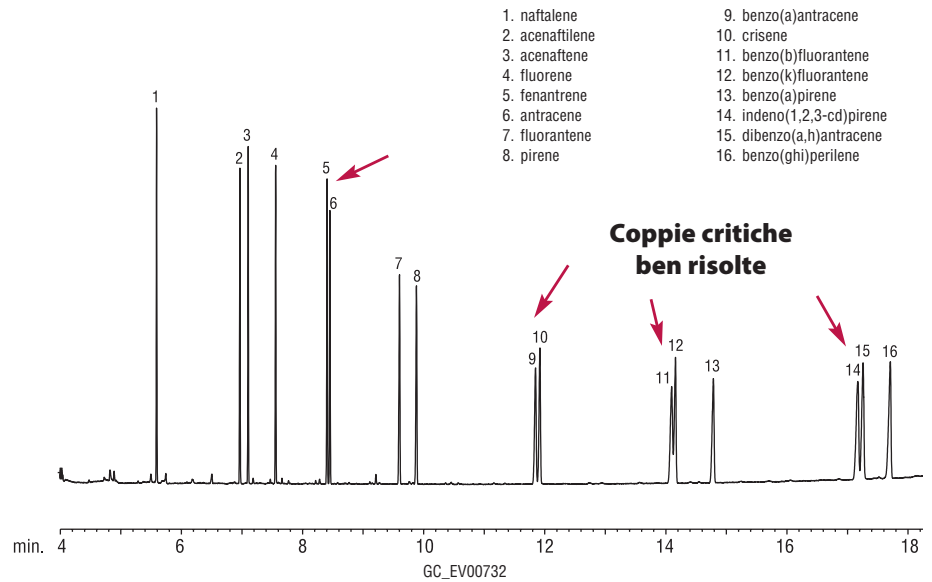
### Colonne Rtx®-440 (silice fusa)

ID	df (µm)	limiti di temp.	30-metri
0.25mm	0.25	20°C a 320/340°C	12923
	0.50	20°C a 320/340°C	12938
0.32mm	0.25	20°C a 320/340°C	12924
	0.50	20°C a 320/340°C	12939
0.53mm	0.50	20°C a 320/340°C	12940
	1.00	20°C a 320/340°C	12955

### Colonne Rtx®-CLPesticides2 (silice fusa)

ID	df (µm)	limiti di temp.	10-metri	15-metri	20-metri	30-metri	60-metri
0.10mm	0.10	-60 a 310/330°C	43301		43302		
0.18mm	0.14	-60 a 310/330°C	42301		42302		
0.25mm	0.20	-60 a 320/340°C		11320		11323	11326
0.32mm	0.25	-60 a 320/340°C		11321		11324	
0.53mm	0.42	-60 a 300/320°C		11337		11340	

**Figura 3** Analisi di 16 IPA in 22 minuti e risoluzione delle coppie critiche con una colonna Rtx®-440.



- |                |                            |
|----------------|----------------------------|
| 1. naftalene   | 9. benzo(a)antracene       |
| 2. acenafilene | 10. crisene                |
| 3. acenafteene | 11. benzo(b)fluorantene    |
| 4. fluorene    | 12. benzo(k)fluorantene    |
| 5. fenantrene  | 13. benzo(a)pirene         |
| 6. antracene   | 14. indeno(1,2,3-cd)pirene |
| 7. fluorantene | 15. dibenzo(a,h)antracene  |
| 8. pirene      | 16. benzo(ghi)perilene     |

Colonna: Rtx®-440 30m, 0.25mm ID, 0.25µm (Cod. 12923)  
 Campione: Miscela IPA 610 (Cod. 31011) diluita a 20ppm per ogni composto, in metilene cloruro  
 Iniettore: 1.0µL splitless (per 0,4 min.) liner per splitless 4mm (Cod. 20772)  
 Temp. iniettore: 320°C  
 Gas di Trasporto: idrogeno, flusso costante  
 Flusso: 3,6mL/min  
 Temp Forno: 40°C (per 2 min.) fino a 240°C @ 30°C/min., fino a 320°C @ 8°C/min. (per 5 min.)  
 Rivelatore: FID @ 320°C

Cerchi un cromatogramma?  
[www.restek.com](http://www.restek.com)

### SV Calibration Mix #5 / 610 PAH Mix

acenafteene	crisene
acenafilene	dibenzo(a,h)antracene
antracene	fluorantene
benzo(a)antracene	fluorene
benzo(a)pirene	indeno(1,2,3-cd)pirene
benzo(b)fluorantene	naftalene
benzo(k)fluorantene	fenantrene
benzo(ghi)perilene	pirene

Ciascuno

2.000µg/mL ciascuno in methylene chloride, 1mL/fiala  
31011

### Connettori SeCure™ "Y"

- Impiega un normale connettore a "Y" tipo Press-Tight® e delle ferrule di grafite da 1/16".
- La giunzione è completamente affidabile e non si disconnette inaspettatamente durante le analisi in programmata termica.
- Il disegno aperto permette una conferma visiva della tenuta per una maggiore sicurezza nella connessione.



Innovazione!  
 Restek

I kit comprendono: corpo connettore a "Y" SeCure™, 3 dadi zigrinati, 1 unione a "Y" tipo Universal Press-Tight®, 3 ferrule

Descrizione	Ferrule Fit Column ID (mm)	q.tà	Cod.
Kit Connettore SeCure™ a "Y"	0.25/0.28	kit	20276
Kit Connettore SeCure™ a "Y"	0.28/0.32	kit	20277
Kit Connettore SeCure™ a "Y"	0.45/0.53	kit	20278
Dado zigrinato		3-conf.	20279

# Analisi Rapida di Solventi Residui in Prodotti Farmaceutici

Innovazione!  
Restek

Usando lo Spazio di Testa Statico e la GC "Stop-Flow"



Il kit si collega facilmente al GC Agilent 6890!

- Risoluzione di 35 solventi residui in 18 minuti.
- Semplificazione dell'archivio colonne: si usa una sola coppia di colonne cromatografiche ed un insieme di condizioni per tutti i solventi ICH Classe I e Classe II.
- Sistema completo e di facile installazione.

La International Conference on Harmonization (ICH) ha fissato alcune raccomandazioni sulle quantità di solventi residui considerata sicura nei prodotti farmaceutici finiti. La ICH ha pubblicato le linee guida e i limiti di esposizione giornaliera per 61 solventi, classificati in tre gruppi a seconda della loro tossicità. I solventi in Classe I sono noti cancerogeni o pericolosi per l'ambiente, perciò da evitare quanto più possibile. I solventi in Classe II sono meno tossici, ma il loro uso dovrebbe essere limitato. I solventi in Classe III hanno bassa tossicità o nessun limite di esposizione correlato alla salute.<sup>1</sup> In tutti i prodotti farmaceutici devono essere analizzati i solventi residui, indipendentemente dalla matrice e, potenzialmente, potrebbe essere necessario un enorme numero di metodi per soddisfare l'intero elenco di solventi. La complessità e l'alto costo della conformità sono i maggiori ostacoli nella produzione di farmaci.

Nel febbraio 2004, la Teledyne Tekmar ha sviluppato un metodo analitico universale per l'estrazione e la determinazione di 32 solventi residui ICH Classe II e Classe III, usando il campionamento per spazio di testa statico.<sup>2</sup> Contemporaneamente, i chimici della Restek stavano sviluppando un modo per risolvere i solventi in Classe I e Classe II, attraverso una nuova tecnologia conosciuta come GC "Stop-Flow", ma gli mancava un metodo di preparazione del campione adatto per raggiungere i limiti di rivelazione richiesti dalla ICH.<sup>3</sup> Usando un autocampionatore per spazio di testa Teledyne Tekmar 7000HT insieme alla tecnologia GC Stop-Flow, è possibile raggiungere la risoluzione, la sensibilità ed i necessari tempi di risposta rapidi per i solventi residui in Classe I e Classe II. Nella GC Stop-Flow i solventi sono separati grazie al passaggio del campione attraverso una combi-

nazione di due colonne costituita da una Stabilwax® ed una Rtx®-200 collegate in serie. Il flusso del gas di trasporto attraverso la seconda colonna (Rtx®-200) è interrotto per brevi momenti (pulsazioni stop-flow) per armonizzare la separazione all'uscita della combinazione di colonne.

In un'analisi con due colonne GC in serie ci sono quattro possibilità di uscita per due componenti del campione: 1) i due composti sono risolti quando arrivano alla congiunzione e lo rimangono anche al termine della combinazione di colonne; 2) i due composti coeluiscono alla congiunzione ma sono risolti nella seconda colonna; 3) i due composti sono risolti alla congiunzione ma non al termine della combinazione di colonne; 4) i due composti coeluiscono sia alla congiunzione sia al termine della combinazione di colonne. Nei casi 1) e 2) non sono necessari aggiustamenti. Per il caso 4) occorre individuare altre combinazioni di fasi stazionarie per assicurare la separazione con almeno una delle due colonne. Nel caso 3) la GC Stop-Flow è la soluzione adatta. Il flusso di carrier gas nella seconda colonna è interrotto per un po', immediatamente dopo l'uscita di uno dei due composti dalla congiunzione, ma mentre l'altro composto si trova ancora nella prima colonna. La temporizzazione e la durata della pulsazione stop-flow sono impostate in modo da assicurare che i due composti rimangano separati anche al termine della combinazione di colonne. Il metodo per scegliere una combinazione di colonne per una specifica applicazione è quello di eseguire analisi separate con ciascuna colonna, in modo da assicurare che nessuno dei due composti coeluisca su entrambe le fasi stazionarie.

La figura 1 è il prodotto dell'applicazione di tre pulsazioni stop-flow nel punto di congiunzione

della combinazione di colonne per separare tre analiti: tricloroetano, acetoneitrile e cloroformio. Gli altri analiti sono risolti grazie alla regolazione del flusso di carrier gas e alla programmata termica, perciò non richiedono pulsazioni. Il cromatogramma comprende tutti i solventi ICH Classe I e Classe II a 200ppm, ad eccezione del dietilene glicole (che non è stato iniettato a 200ppm), ciascuno in 5mL di solvente 1,3-dimetil-2-imidazolidinone (DMI). Poiché la GC Stop-Flow risolve le coppie di composti che eluiscono molto vicine, essa permette ai laboratori farmaceutici di usare la GC per monitorare tutti i solventi ICH Classe I e Classe II usando una coppia di colonne cromatografiche ed un singolo insieme di condizioni.

Questa analisi di 35 solventi residui Classe I e Classe II è rapida, sensibile ed affidabile. Se dovete monitorare i solventi in prodotti farmaceutici, saremo lieti di potervi illustrare la GC Stop-Flow.

#### Riferimenti

1. ICH Guidance for Industry, Q3A Impurities: Residual Solvents US Dept. of Health and Human Services, Food and Drug Administration, Center for Drug Evaluation and Research, Center for Biologics Evaluation and Research (CBER). International Conference on Harmonization, Dec. 1997.
2. Wallace, B. and J. Kancler. One Universal Method for Residual Solvents in Pharmaceuticals Using a High Temperature Static Headspace Campione Introduction System Application Note 7000-021b.doc, Teledyne Tekmar Instruments, Feb. 2004.
3. Wittrig, R.E.; F.L. Dorman, C.M. English, R.D. Sachs, J.Chromatogr. A 1027: 75-82 (2004).

#### Ringraziamenti

Un ringraziamento speciale a Brian Wallace della Teledyne Tekmar per l'uso dell'autocampionatore per spazio di testa 7000HT.

Lo sapevi?



Offriamo molte miscele di riferimento di solventi residui per metodi EP e USP. Consultate le descrizioni dei solventi per la Farmacopea Europea e ICH a pagina 9.

Per altre miscele di riferimento, consultate il nostro catalogo di prodotti per cromatografia o visitate il nostro sito all'indirizzo [www.restek.com](http://www.restek.com).

## GC Stop-Flow per GC Agilent 6890

Descrizione	q.tà	Cod.
Sistema Stop-Flow per Iniettore On-Colonna a Freddo con EPC (comprende: chiusure Stop-Flow, coperchio di montaggio superiore, basamento a 1-linea, e cavo d'interfaccia)	kit	21168
Sistema Stop-Flow per Iniettore Split/Splitless con EPC (comprende: chiusure Stop-Flow, coperchio di montaggio superiore, basamento a 2-linee, e cavo d'interfaccia)	kit	21169

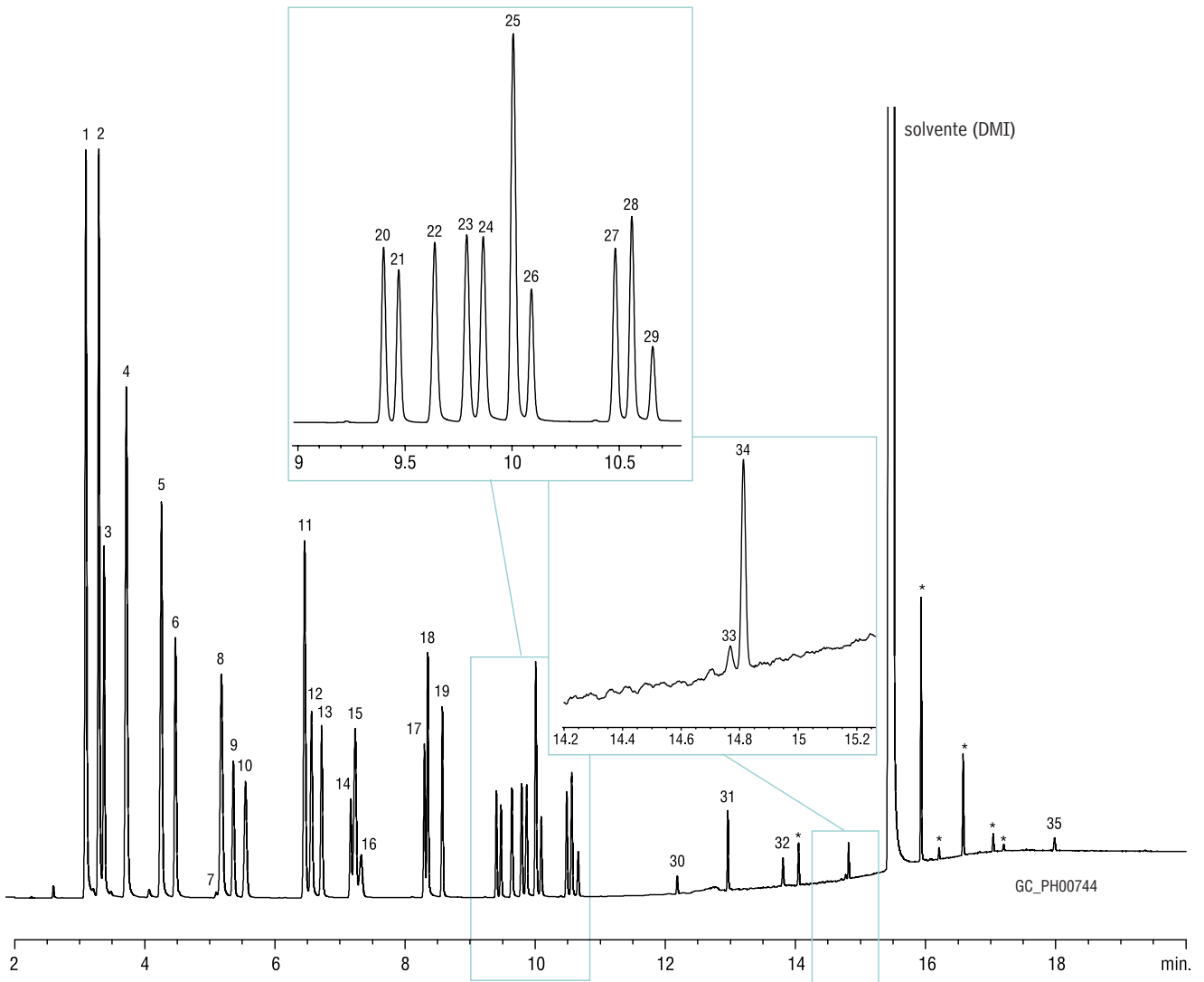
### Colonna Stabilwax®

15-Meter, 0.25mm, ID 0.5µm df, Cod. 10635

### Colonna Rtx®-200

30 metri, 0.25mm ID, 1.0µm df, Cod. 15053

**Figura 1** La GC Stop-Flow fornisce un'analisi rapida e sensibile per i solventi residui ICH Classe I e Classe II.



1. 2-metilpentane
2. esano
3. 1,1-dicloroetene
4. metil ciclopentano
5. metanolo
6. trans-1,2-dicloroetene
7. tetracloruro di carbonio
8. metil cicloesano
9. metilene cloruro

10. 1,1,1-tricloroetano
11. benzene
12. 1,2-dimetossietano
13. cis-1,2-dicloroetene
14. trichloroetene
15. acetonitrile
16. cloroformio
17. 1,2-dicloroetano
18. toluene

19. 1,4-diossano
20. nitrometano
21. 2-metossietanolo
22. 2-esanone (MBK)
23. p-xilene
24. m-xilene
25. piridina
26. 2-etossietanolo
27. o-xilene

28. clorobenzene
  29. 1,1,2-tricloroetano
  30. dimetil formammide (DMF)
  31. N,N-dimetilacetammide
  32. 1,2,3,4-tetraidronaftalene
  33. formammide
  34. 1-metil-2-pirrolidinone
  35. solfolano
- \*impurezze nel solvente

**Condizioni Spazio di Testa**

Strumento: Teledyne Tekmar 7000HT unità spazio di testa statico ad alta temperatura  
 Temp piastra.: 140°C  
 Equilibrato campione: 5 min.  
 Tempo miscelazione: 10 min.  
 Potenza miscelazione: 2  
 Stabilizzazione miscela: 1 min.  
 Tempo pressurizzazione: 0.2 min.  
 Equilibrato pressione: 0.3 min.  
 Volume Vial.: 22mL (Vial alta temperatura)  
 Vol. loop campione: 1mL (dimensione standard, trattato in Silcosteel®)  
 Loop/line temp.: 250°C  
 Loop fill time: 0.1 min.  
 Equilibrato Loop: 0.05 min.  
 Tempo iniezione: 1.0 min.  
 Pressione statica vial: 3.5psi elio  
 Press vial: 8psi elio  
 Pressione variabile iniettore (VIPR): 5psi elio  
 Interfaccia: collegata attraverso la porta iniettore, split 1:20

**Condizioni GC**

Colonna #1: Stabilwax®, 15m x 0.25mm x 0.5µm (Cod. 10635)  
 Colonna #2: Rtx®-200, 30m x 0.25mm x 1.0µm (Cod. 15053)  
 Campione: 200ppm ciascuno composto in 1,3-dimetil-2-imidazolidinone (DMI)  
 Strumento: Agilent 6890  
 Temp. iniettore: 250°C  
 Carrier gas: elio, flusso costante  
 Velocità flusso: 1.9mL/min., 25.6psi @ 40°C  
 Temp. Forno.: 40°C (per 2 min.) a 55°C @ 4°C/min., a 110°C @ 25°C/min. (per 2 min.) a 250°C @ 25°C/min. (per 5 min.)  
 Rivelatore.: FID 1 alla congiunzione, FID 2 all'uscita del campione (stesse impostazioni)  
 Temp. Rivelatore: 250°C  
 Gas Reagente: idrogeno, 40mL/min.  
 Flusso aria: 400mL/min.  
 Makeup: elio, 40mL/min.  
 Velocità raccolta dati: 100Hz

**Condizioni Stop-Flow**

Strumento: Sistema Restek Stop-Flow per Agilent 6890 con on-colonna a freddo con EPC (Cod. 21168)  
 Connessione porta iniettore: iniettore on-colonna a freddo  
 Pressione: 31.0psi, pressione costante  
 Pulsazione: valvola aperta 3.00 - 3.15 min., 4.65 - 5.02 min., 5.10 - 5.40 min.  
 Tempo analisi totale: 20.55 min.

# Miglioramento nell'Analisi Dettagliata di Idrocarburi

Usando una Colonna Capillare GC Rtx®-1PONA

- La colonna soddisfa o supera tutti i requisiti del metodo ASTM D-6730-01 e del Canadian General Standards Board.
- Analisi 30% più veloce (ritenzione C13 = 97 minuti) usando elio
- Eccellenti risposte e simmetria di picco per ossigenati polari.
- Riproducibilità garantita da colonna a colonna per ritenzione, selettività, forma dei picchi, risoluzione e bassa cessione.

Le benzine sono miscele complesse di centinaia di composti. L'informazione sulle concentrazioni dei singoli composti è importante per valutare i materiali grezzi e per controllare i processi di raffinazione. Nel Metodo D-6730-01A, l'ASTM (American Society of Testing and Materials) ha definito un metodo GC ad alta risoluzione per l'analisi dettagliata degli idrocarburi (DHA) nelle benzine, metodo spesso riportato come PONA (paraffine, olefine, nafteni, aromatici) o analisi PIANO (paraffine, isoparaffine, aromatici, nafteni, olefine).\* L'ASTM D-6730-01 è specifico per l'analisi di questi composti idrocarburi, oltre agli additivi ossigenati come il metanolo, l'etanolo, il t-butanol, il metil ter-butyl etere (MTBE) e il teramil metil etere (TAME) nei combustibili per motori ad accensione con scintilla.

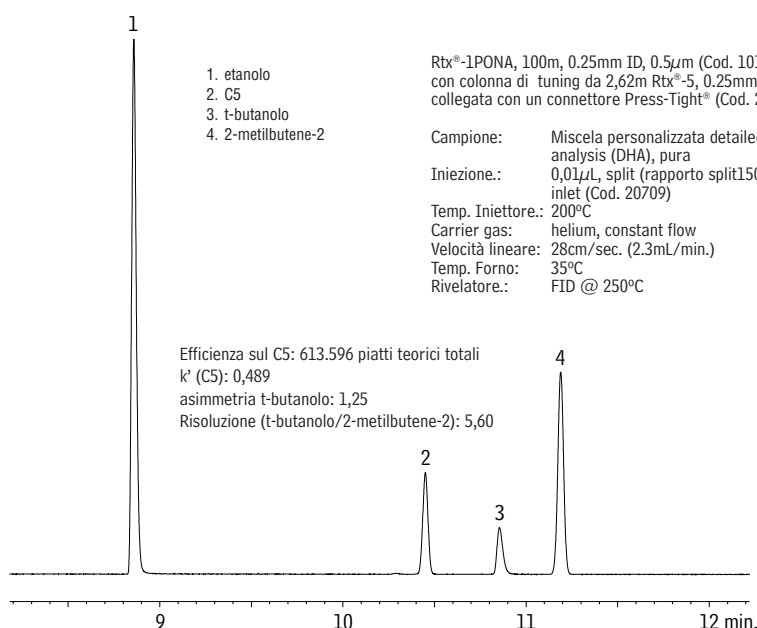
Per rendere massima la risoluzione di queste miscele di composti, il metodo ASTM raccomanda una colonna capillare da 100 metri x 0,25mm ID rivestita con 0,5µm di fase stazionaria 100% dimetil polisilossano e definisce il criterio di risoluzione minima per molte coppie critiche di composti che eluiscono molto vicino. Per trattenere gli aromatici e soddisfare i requisiti di sep-

arazione, all'ingresso della colonna analitica da 100 metri è collegata una colonna corta di tuning, lunga circa 2-3 metri e rivestita con polimero 5% difenil/95% dimetil polisilossano. La lunghezza della colonna di tuning viene regolata attraverso una serie di tentativi, in modo da assicurare la risoluzione delle coppie critiche.

Le colonne analitiche usate per questa applicazione devono possedere alta efficienza ed eccezionale inerzia, specialmente per gli ossigenati polari nella benzina. La Figura 1 mostra l'efficienza di una colonna con 613.596 piatti teorici totali, misurati sul C5, e mostra la simmetria di picco per gli additivi ossigenati, compresi etanolo e t-butanol (scodamento t-butanol = 1.25). Noi testiamo ogni colonna Rtx®-1PONA rispetto alla ritenzione (k), all'efficienza (n), alla selettività della fase stazionaria (RI) e alla cessione, garantendo così prestazioni completamente riproducibili da colonna a colonna.

Una colonna Rtx®-1PONA soddisfa tutti i requisiti del Metodo ASTM D-6730-01 per la risoluzione delle coppie critiche, come dimostrato dalla Figura 2. Per raggiungere le risoluzioni evidenziate è

**Figura 1** Picchi netti e simmetrici per l'etanolo (ossigenato della benzina) usando una colonna Rtx®-1PONA.



\*Terminologia comune: paraffine e isoparaffine = alcani; nafteni = alcani ciclici; olefine = alcheni.

stata usata una colonna di tuning da 2,6 metri, tuning, ottenuta basandosi sulla ritenzione degli aromatici (es.: risoluzione dell'1-metilciclopentene / benzene = 1,28).

Inoltre, per potere qualificarsi per l'analisi ASTM D-6730-01, le colonne Rtx®-1PONA soddisfano i requisiti ugualmente rigidi della metodologia del Canadian General Standards Board (CGSB). Per ulteriori cromatogrammi sull'analisi dettagliata di idrocarburi e maggiori informazioni su queste colonne ad alte prestazioni, richiedete una copia gratuita della Applications Note 59568 oppure visualizzate le note applicative e i cromatogrammi sul nostro sito web.

## Colonna Rtx®-1 PONA (silice fusa)

(Fase Crossbond® 100% dimetil polisilossano ottimizzata per l'analisi di idrocarburi) (limiti temp.: -60 a 300/340°C)  
100m, 0.25mm ID, 0.50µm df, Cod. 10195

## Colonna Tuning Rtx®-5 PONA

(Fase Crossbond® 5% difenil/95% dimetil polisilossano)  
5m, 0.25mm ID, 1.0µm df, Cod. 554206

## Connettori Press-Tight®

- Realizzati con silice fusa inerte.
- Si adattano a colonne con diametro esterno da 0,33–0,74mm (Restek 0,1mm–0,53mm ID).
- Il connettore ad angolo riduce la tensione sulla connessione.



Descrizione	5-conf.
Connettori Universal Press-Tight®	20400
Connettori Universal Press-Tight® trattati in Siltek™	20480
Connettori Universal Press-Tight® ad angolo	20446
Connettori Universal Press-Tight® trattati in Siltek™ ad angolo	20482

## Connettori Vu2 Union™

Il connettore Vu2 Union™ unisce la semplicità di una unione Press-Tight® con la robustezza di una unione in metallo. Le colonne non si disconnettono in modo inatteso, anche a temperature alte fino a 400°C.

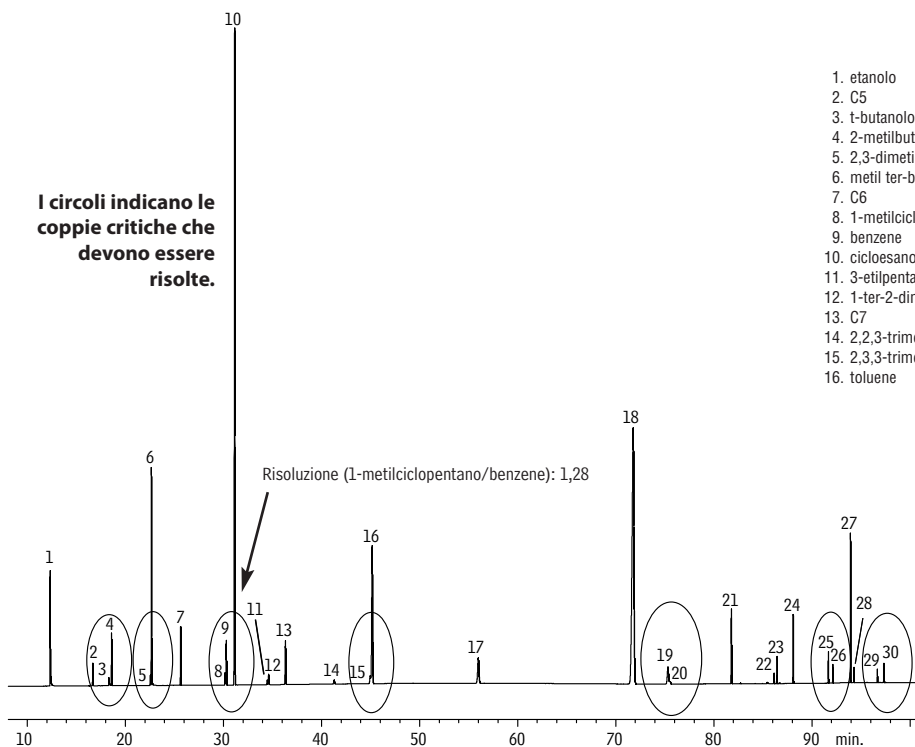


**Connessioni sicure ed affidabili tra colonne!**

I Kit comprendono: corpo Vu2 Union™, 2 dadi zigrinati, 2 unioni Press-Tight® e 4 ferrulle

Kit Connettore (Le ferrulle sono adatte ai diametri interni delle colonne Restek)	Cod.
Kit Connettore Vu2 Union™ (0.15–0.25mm)	21105
Kit Connettore Vu2 Union™ (0.28/0.32mm)	21106
Kit Connettore Vu2 Union™ (0.45/0.50 & 0.53mm)	21107

**Figura 2** Coppie critiche dei componenti della benzina risolte secondo le specifiche ASTM, usando una colonna Rtx®-1PONA.



- |                                 |                               |
|---------------------------------|-------------------------------|
| 1. etanolo                      | 17. C8                        |
| 2. C5                           | 18. etilbenzene               |
| 3. t-butanolo                   | 19. p-xilene                  |
| 4. 2-metilbutene-2              | 20. 2,3-dimetileptano         |
| 5. 2,3-dimetilbutano            | 21. C9                        |
| 6. metil ter-butil etere (MTBE) | 22. 5-metilnonane             |
| 7. C6                           | 23. 1,2-metiletilbenzene      |
| 8. 1-metilciclopentene          | 24. C10                       |
| 9. benzene                      | 25. C11 (undecano)            |
| 10. cicloesano                  | 26. 1,2,3,5-tetrametilbenzene |
| 11. 3-etilpentano               | 27. naftalene                 |
| 12. 1-ter-2-dimetilciclopentano | 28. C12 (dodecano)            |
| 13. C7                          | 29. 1-metilnaftalene          |
| 14. 2,2,3-trimetilpentano       | 30. C13 (tridecano)           |
| 15. 2,3,3-trimetilpentano       |                               |
| 16. toluene                     |                               |

Rtx®-1PONA, 100m, 0.25mm ID, 0.5µm (Cod. 10195)  
 con 2.62m colonna di tuning Rtx®-5, 0.25mm ID, 1.0µm,  
 collegata con un connettore Press-Tight® (Cod. 20446)  
 Campione: Miscela personalizzata detailed hydrocarbons  
 analysis (DHA), pura  
 Iniezione: 0,01µL, split (rapporto split150:1), liner 4mm  
 cup inlet (Cod. 20709)  
 Temp. Iniettore: 200°C  
 Carrier gas: elio, flusso costante  
 Velocità lineare: 28cm/sec. (2,3mL/min.)  
 Temp. Forno: 5°C (per 15 min.) a 50°C @ 5°C/min.  
 (per 50 min.) a 200°C @ 8°C/min. (per 10 min.)  
 Rivelatore: FID @ 250°C

## Metodo Farmacopea Europea (Elenco di prodotti continua da pag. 9)

L'analisi di solventi residui in prodotti farmaceutici è cambiata, in particolare per prodotti venduti in Europa. Le linee guida della International Conference on Harmonization (ICH) per i Solventi Residui stanno diventando lo standard internazionale ed ogni anno vengono adottate da sempre più farmacopee, compresa la USP (United States Pharmacopoeia). Il metodo ICH e l'elenco dei composti è più estensivo di qualsiasi metodo precedentemente usato e pone nuove difficoltà. I composti in Classe 1 sono solventi considerati di altissimo rischio e che devono essere evitati nella produzione di farmaci. L'uso di composti in Classe 2 deve essere eliminato, perchè essi costituiscono una lieve, ma comunque presente, minaccia per la salute. I composti in Classe 3 hanno il più basso potenziale tossico e possono essere usati normalmente per la produzione.

Restek prepara le colonne capillari Rtx®-1301 (Cod. 16085) e Stabilwax® (Cod. 10640) ed i materiali analitici di riferimento per soddisfare i nuovi requisiti. Per maggiori informazioni richiedete la brochure Cod. 59107, European Pharmacopoeia Analysis of Residual Solvents.

### Miscela European Pharmacopoeia/ICH Classe 1 (rivista)

benzene	2µg/mL
tetracloruro di carbonio	4
1,2-dicloroetano	5
1,1-dicloroetilene	8
1,1,1-tricloroetano	10

Ciascuno

In acqua: dimetilsolfossido (90:10), 1mL/fiala

36261

### Miscela European Pharmacopoeia/ICH Classe 1

Benzene	2µg/mL
tetracloruro di carbonio	4
1,2-dicloroetano	5
1,1-dicloroetilene	8
1,1,1-tricloroetano	1500

Ciascuno

Prepared in acqua: dimetilsolfossido (90:10), 1mL/fiala

36228

I materiali di riferimento Restek sono formulati in modo da rispettare l'esposizione giornaliera ammessa.

### Miscela A European Pharmacopoeia/ICH Classe 2 (13 componenti)

chlorobenzene	360µg/mL
cicloesano	3,880
cis-1,2-dicloroetilene	1,870
diclorometano	600
N,N-dimetilformammide	880
etilbenzene	369
esano	290
metilcicloesano	1,180
toluene	890
1,1,2-tricloroetilene	80
m-xilene	1,302
o-xilene	195
p-xilene	304

Ciascuno

Preparata in dimetilsolfossido, 1mL/fiala

36229

### Miscela B European Pharmacopoeia/ICH Classe 2 (10 componenti)

acetonitrile	410µg/mL
clorofornio	60
1,2-dimetossietano	100
N,N-dimetilacetammide	1,090
1,4-diossano	380
2-esanone	50
metanolo	3,000
nitrometano	50
piridina	200
1,2,3,4-tetraidronaftalene (tetralina)	100

Ciascuno

Prepared in acqua: dimetilsolfossido (90:10), 1mL/fiala

36230

### Miscela C European Pharmacopoeia/ICH Classe 2

2-etossietanolo	160µg/mL
etilen glicole	620
formammide	220
2-metossietanolo	50
N-metilpirrolidone	4,840
Sulfolano	160

Ciascuno

Preparata in acqua, 1mL/fiala

36231

### certificazione "data pack" gratuita

Ora Restek offre gratuitamente le certificazioni "Data Pack" scaricabili dal sito per tutti i materiali di riferimento. È sufficiente inserire il numero di codice ed il numero di serie relativi al prodotto ordinato per ottenere un file PDF stampabile.

# Calibrazione Comoda ed Analisi GC/MS più Veloce per Organici Volatili in Acqua

Usando una Nuova Miscela di Calibrazione Restek ed una Colonna Rtx®-VMS

- Il MegaMix™ a 60 componenti comprende sei gas target ed elimina gli errori di miscelazione.
- La colonna Rtx®-VMS da 0,18mm offre cicli veloci ed eccellente risoluzione per i gas.
- Per monitoraggio di acqua potabile, acqua di scarico e rifiuti pericolosi.

Gli Analiti Organici Volatili (VOA) sono una fonte comune di inquinamento ambientale e sono tra i più difficili e costosi contaminanti da controllare nell'acqua. L'analisi e la quantificazione dei VOA nell'acqua potabile è dettagliata nei metodi US EPA 502 e 524, oltre che in altri metodi in tutto il mondo.

Fino ad ora Restek ha offerto due miscele di calibrazione complesse per l'analisi di composti volatili nell'acqua potabile: una miscela contenente 54 composti target (MegaMix™ 502.2, Cod. 30432) ed uno contenente 73 composti (Drinking Water VOA MegaMix™ 524.2 Rev. 4.2, Cod. 30601). Gli unici composti target dei metodi EPA che non abbiamo incluso in queste miscele, sono i gas altamente volatili e, per il Metodo 524.2, i chetoni reattivi. Per evitare la formazione di acetali, offriamo i cinque chetoni in una miscela separata (Cod. 30602). Offriamo anche i sei gas separatamente, come 502.2 Calibration Mix #1 (Cod. 30042 o Cod. 30439). Gli analisti che controllano campioni nei quali ricercare i gas, combinano la miscela dei gas con la miscela da 54 o quella da 74 componenti, ma ciò richiede tempo e può portare a variazioni o errori di miscelazione.

Per comodità dei nostri clienti, abbiamo sviluppato una nuova miscela di calibrazione a 60 componenti (Volatiles MegaMix™ con Gas, Cod. 30603) che contiene i 54 composti target della miscela 502.2 MegaMix™ più i sei gas della Miscela 502.2 Calibration Mix #1, a 200 ppm ciascuno in metanolo grado purge and trap. La nuova miscela è adatta al Metodo 502, al Metodo 524 o ad altri metodi seguiti nel controllo di questi composti. La nuova miscela porta una scelta. La miscela a 60 componenti è molto comoda da usare ed elimina sia la variazione sia la possibilità di errori (associata con la misura e la miscelazione di più fiale). Una fiala integra di questa miscela ha una validità di 24 mesi, ma, dopo l'apertura, i gas possono iniziare ad allontanarsi dalla soluzione, perciò le fiale aperte richiedono una più frequente sostituzione rispetto alla miscela da 54 componenti (naturalmente ciò si applica anche alla miscela di gas a 6 componenti) Gli analisti che scelgono di lavorare con la miscela da 54 componenti e la miscela di sei gas, devono convivere con potenziali errori di miscelazione, ottenendo però in cambio maggiore durata rispetto alla fiala da 54 componenti dopo l'apertura (se conservata in modo appropriato). Raccomandiamo la conservazione di tutte le miscele di riferimento VOA in un congelatore, in particolare quelle contenenti gas.

I chimici che controllano i VOA in acqua richiedono analisi veloci ed accurate. Una colonna con una fase stazionaria cianopropilfenil/dimetilpolisilossano (es. una colonna "624") o una fase difenil/dimetilpolisilossano es. una colonna "502.2") possono fornire un'analisi rapida, ma alcuni composti probabilmente coeluiranno, creando problemi di quantificazione. Al contrario, le colonne Rtx®-VMS sono progettate appositamente per analisi di volatili in GC/MS e aggirano il problema. L'analisi su una colonna Rtx®-VMS da 20m, 0.18mm ID, 1.0µm (Cod. 49914), usando una tem-

## Colonne Rtx®-VMS (silice fusa)

(limiti di temp. -40°C to 240/260°C)

0.18mm ID, 1.00µm df

20-Meter, Cod. 49914

40-Meter Cod. 49915



## Volatili MegaMix™ con Gas (60 Componenti)

benzene	2,2-dicloropropano
bromobenzene	1,1-dicloropropene
bromoclorometano	trans-1,3-dicloropropene
bromodichlorometano	cis-1,3-dicloropropilene
bromofornio	etilbenzene
bromometano (metil bromuro)	esacloro-1,3-butadiene (esaclorobutadiene)
n-butilbenzene	isopropilbenzene (cumene)
sec-butilbenzene	4-isopropiltoluene (p-cymene)
ter-butilbenzene	metilene cloruro (diclorometano)
tetracloruro di carbonio	naftalene
clorobenzene	n-propilbenzene
cloroetano (etil cloruro)	stirene
clorofornio	toluene
clorometano (metil cloruro)	1,1,1,2-tetracloroetano
2-clorotoluene	1,1,2-tetracloroetano
4-clorotoluene	tetracloroetilene
dibromoclorometano	1,2,4-triclorobenzene
1,2-dibromo-3-cloropropano	1,2,3-triclorobenzene
1,2-dibrometano (EDB)	1,1,1-tricloroetano
dibromometano	1,1,2-tricloroetano
1,2-diclorobenzene	tricloroetilene
1,3-diclorobenzene	triclorofluorometano (CFC-11)
1,4-diclorobenzene	1,2,3-tricloropropano
diclorodifluorometano (CFC-12)	1,3,5-trimetilbenzene
1,1-dicloroetano	1,2,4-trimetilbenzene
1,2-dicloroetano	vinil cloruro
1,1-dicloroetilene	m-xilene
cis-1,2-dicloroetilene	o-xilene
trans-1,2-dicloroetilene	p-xilene
1,2-dicloropropano	
1,3-dicloropropano	

### Ciascuno

200µg/mL ciascuno in metanolo P&T, 1mL/fiala

30603

## 502.2 MegaMix™ (54 Componenti)

benzene	2,2-dicloropropano
bromobenzene	1,1-dicloropropene
bromoclorometano	cis-1,3-dicloropropene
bromodichlorometano	trans-1,3-dicloropropene
bromofornio	etilbenzene
n-butilbenzene	esaclorobutadiene
sec-butilbenzene	isopropilbenzene
ter-butilbenzene	p-isopropiltoluene
tetracloruro di carbonio	metilene cloruro
clorobenzene	naftalene
clorofornio	n-propilbenzene
2-clorotoluene	stirene
4-clorotoluene	1,1,1,2-tetracloroetano
dibromoclorometano	1,1,2,2-tetracloroetano
1,2-dibromo-3-cloropropano	tetracloroetano
1,2-dibrometano	toluene
dibromometano	1,2,3-triclorobenzene
1,2-diclorobenzene	1,2,4-triclorobenzene
1,3-diclorobenzene	1,1,1-tricloroetano
1,4-diclorobenzene	1,1,2-tricloroetano
1,1-dicloroetano	tricloroetilene
1,2-dicloroetano	1,2,3-tricloropropano
1,1-dicloroetilene	1,2,4-tricloroetano
cis-1,2-dicloroetilene	tetracloroetilene
trans-1,2-dicloroetilene	1,3,5-trimetilbenzene
1,2-dicloropropano	m-xilene
1,3-dicloropropano	o-xilene
	p-xilene

### Ciascuno

200µg/mL ciascuno in metanolo P&T, 1mL/fiala

30432

2000µg/mL ciascuno in metanolo P&T, 1mL/fiala

30431

## Miscela 502.2 Calibration Mix #1 (gas)

bromometano	diclorodifluorometano
cloroetano	triclorofluorometano
clorometano	vinil cloruro

### Ciascuno

200µg/mL ciascuno in metanolo P&T, 1mL/fiala

30439

2000µg/mL ciascuno in metanolo P&T, 1mL/fiala

30042

## Riferimenti

1. Optimizing the Analysis of Volatile Organic Compounds Restek technical guide, lit. Cod. 59887A, free on request. Also available on our website.



## Materiali di Riferimento Aggiuntivi per l'Analisi GC/MS di Organici Volatili in Acqua

### Drinking Water VOA MegaMix™, 524.2 Rev. 4.1 (73 componenti)

acrilonitrile	trans-1,3-dicloropropene
allile cloruro	dietil etere (etere etilico)
benzene	etilbenzene
bromobenzene	etil metacrilato
bromoclorometano	esaclorobutadiene
bromodichlorometano	esacloroetano
bromoformio	iodometano (metil iodide)
n-butilbenzene	isopropilbenzene (cumene)
sec-butilbenzene	4-isopropiltoluene (p-cymene)
ter-butilbenzene	methacrilonitrile
solfuro di carbonio	metil acrilato
tetracloruro di carbonio	metilene cloruro
cloroacetone	(diclorometano)
clorobenzene	metil metacrilato
1-clorobutane	metil ter-butil etere
clorodibromometano (dibromo- clorometano)	(MTBE)
clorofornio	naftalene
2-clorotoluene	nitrobenzene
4-clorotoluene	2-nitropropano
1,2-dibromo-3-cloropropano (DBCP)	pentacloroetano
1,2-dibromoetano (etilene dibromuro)	propionitrile (etilcianuro)
dibromometano	n-propilbenzene
1,2-diclorobenzene	stirene
1,3-diclorobenzene	1,1,1,2-tetracloroetano
1,4-diclorobenzene	1,1,2,2-tetracloroetano
trans-1,4-dicloro-2-butene	tetracloroetene
1,1-dicloroetano	tetraidrolurano
1,2-dicloroetano	1,2,3-triclorobenzene
1,1-dicloroetene	1,2,4-triclorobenzene
cis-1,2-dicloroetene	1,1,1-tricloroetano
trans-1,2-dicloroetene	1,1,2-tricloroetano
1,2-dicloropropano	tricloroetene
1,3-dicloropropano	1,2,3-tricloropropano
2,2-dicloropropano	1,2,4-trimetilbenzene
1,1-dicloropropene	1,3,5-trimetilbenzene
cis-1,3-dicloropropene	toluene
	m-xilene
	o-xilene
	p-xilene

Ciascuno

2000µg/mL ciascuno in metanolo P&T, 1mL/fiala  
30601

### Miscela Chetoni, 524.2 Rev. 4.1

acetone	2-esanone
2-butanone (MEK)	4-metil-2-pentanone (MIBK)
1,1-dicloro-2-propanone	

Ciascuno

5.000µg/mL ciascuno in 90% metanolo P&T:10% acqua,  
1mL/fiala  
30602

### Agente Antischiuma per Campioni Purge & Trap

- Controlla efficientemente la schiuma in un ampio intervallo di pH.
- Efficace a meno di 0.1% del volume di campione.
- Non è in contrasto con la cromatografia degli analiti target.

La schiuma che si forma quando un gas di purge passa attraverso il campione, può entrare nella trappola analitica ed eventualmente nella colonna GC. Il nostro agente antischiuma a base di silice non è pericoloso ed è di grande aiuto nell'analisi dei volatili organici.

Ciascuno

Puro, 1mL/fiala  
31822

## Nuove Selezioni dallo Scaffale Restek

Sono disponibili molti altri titoli – consultate il nostro sito o il catalogo.

### Chiral Separations by Liquid Chromatography and Related Technologies

Tipi, strutture e proprietà delle fasi stazionarie chirali e loro preparazione, applicazione e futuro. Le tecnologie comprendono la cromatografia sub- e super-critica, l'elettro-cromatografia capillare e la cromatografia su strato sottile.

H.Y. Aboul-Enein and I. Ali, Marcel Dekker, Inc., 2003, 400pp., ISBN 0-8247-4014-9  
Cod. 21449 (Ciascuno)

### Current Practice of Gas Chromatography-Mass Spectrometry

Principi, strumentazione ed un ampio spettro di applicazioni. 40 contributi da autori di tutto il mondo; più di 1200 riferimenti, equazioni, tabelle e grafici. Un superbo riferimento per operatori, responsabili e studenti.

W.M.A. Niessen, Marcel Dekker, Inc., 2001, 528pp., ISBN 0-8247-0473-8  
Cod. 21489 (Ciascuno)

### Handbook of GC/MS. Fundamentals and Applications

La preparazione del campione attraverso dati di valutazione, comprese ricerche in librerie MS ed un indice per sostanza. Le applicazioni comprendono analisi ambientali, alimentari, farmaceutiche e cliniche.

Hans-Joachim Hübschmann, Wiley-VCH, 2001, 608pp., ISBN 3-527-30170-4  
Cod. 21490 (Ciascuno)

Handbook of Size Exclusion Chromatography and Related Techniques. 2nd Ed. SEC Alta Velocità, SEC di materiali a basso peso molecolare e la vasta famiglia di tecniche dalla cromatografia liquida bidimensionale alla cromatografia ad alta pressione osmotica.

C. Wu, Marcel Dekker, Inc., 2003, 716pp., ISBN 0-8247-4710-0  
Cod. 21448 (Ciascuno)

### The HPLC Solvent Guide. 2nd Ed.

Anche gli analisti più esperti tendono a scegliere da tre famiglie di solventi abituali. Questa guida descrive molti solventi adatti alle separazioni HPLC.

P.C. Sadek, John Wiley & Sons, Inc., 2002, 664pp., ISBN 0-471-41138-8  
Cod. 21979 (Ciascuno)

### Ion Chromatography. 3rd Ed.

Materiali, principi e metodi, compresa l'elettroforesi capillare e la speciazione chimica. Eccellente introduzione per neo-utilizzatori e guida per gli analisti esperti.

J.S. Fritz and D.T. Gjerde, Wiley-VCH, 2000, 267pp., ISBN 3-527-29914-9  
Cod. 21789 (Ciascuno)

### Mass Spectrometry. Principles and Applications. 2nd Ed.

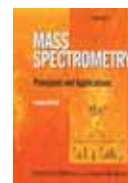
Principi, teoria ed applicazioni chiave, focalizzate sui recenti sviluppi. Copertura estesa di ESI e MALDI, e delle applicazioni biologiche e farmaceutiche. Per studenti e per ricercatori interessati a rivedere le ultime tecniche e sviluppi.

E. de Hoffmann and V. Stroobant, John Wiley & Sons, Inc., 2001, 420pp., ISBN 0-471-48566-7  
Cod. 21978 (Ciascuno)

### Liquid Chromatography-Mass Spectrometry: An Introduction (softcover)

Un indispensabile riferimento per chiunque desideri usare questa tecnica tandem di importanza crescente.

R.E. Ardrey, John Wiley & Sons Ltd., 2003, 296pp., ISBN 0-471-49801-7  
Cod. 20176 (Ciascuno)



# Nuovi Materiali di Riferimento per l'Analisi Ambientale



## Miscela Metodo US EPA 8270 in 100% Metilene Cloruro

- Migliore forma del picco per semivolatili che eluiscono presto rispetto al solvente metilene cloruro/benzene.
- Il metilene cloruro esente da metanolo aumenta la stabilità.
- Miscela di calibrazione e miscela di arricchimento della matrice.

**novità!** ★

La maggior parte delle miscele complesse per il Metodo US EPA 8270 sono preparate in combinazioni di solvente metilene cloruro/benzene. La ragione principale per l'utilizzo del benzene, un solvente ad alto punto di ebollizione, è che si crede che gli idrocarburi policromatici non siano completamente solubili in metilene cloruro. Tuttavia il benzene può determinare una scarsa forma del picco e basse risposte per i composti che eluiscono presto, come la piridina, la N-nitrosometilammina, la N-nitrosometilettilammina, l'1,4-diossano e la 2-picolina. I chimici Restek hanno studiato la solubilità degli idrocarburi poliaromatici ed hanno stabilito che il nostro particolare metodo di preparazione della miscela di calibrazione Method 8270 MegaMix™ (Cod. 31850) ci permette di escludere il

benzene come solvente. Il metilene cloruro da solo è un solvente efficace per questi analiti; in più il metilene cloruro esente da metanolo aumenta la stabilità del prodotto. Il nostro nuovo 8270 MegaMix™ in metilene cloruro è un diretto sostituto per le miscele più vecchie, ma permette anche una migliore cromatografia.

Allo stesso modo, noi offriamo la nuova miscela 8270 Matrix Spike (Cod. 31851), la miscela di Benzidina 8270 (Cod. 31852) e l'1,4-Diossano (Cod. 31853) in 100% metilene cloruro. Gli equivalenti di queste tre miscele sono disponibili rispettivamente in metanolo/metilene cloruro/benzene (Cod. 31687) o metanolo (Cod. 31688, Cod. 30287).

## Standard Surrogato Metodo US EPA 524

- Separa le miscele di surrogati e lo standard interno.
- La soluzione di fortificazione combina i surrogati e lo standard interno.
- Sono inoltre disponibili le miscele di calibrazione e tutte le altre miscele di controllo qualità.

**novità!** ★

Il metodo US EPA 524 richiede uno standard surrogato, uno standard interno ed i surrogati e lo standard interno combinati in una soluzione di fortificazione. Noi abbiamo realizzato la soluzione di fortificazione (Cod. 30201) e lo standard interno (Cod. 30030) ed ora offriamo la miscela di surrogati descritta di seguito. La nuova miscela è da usare per verificare la prestazione del metodo aggiungendola al campione prima dell'estrazione. Insieme alla miscela di calibrazione Drinking Water VOA MegaMix™ 524.2 Rev. 4.2 (Cod. 30601, Vd. Pag. 11), alla miscela Chetoni 524.2 Rev. 4.2 (Cod. 30602, Vd. Pag. 11) ed alle miscele

aggiuntive di calibrazione e di controllo qualità riportate nel nostro catalogo, la nuova miscela completa il nostro set di materiali di riferimento per il Metodo 524.

## Standard Surrogato 524.2

1-bromo-4-fluorobenzene      1,2-diclorobenzene-d4

Ciascuno

2,000µg/mL in metanolo P&T, 1mL/fiala  
30607

## Standard di Odore dell'Acqua Potabile

- Nuova miscela di riferimento per i due più comuni composti che producono odore.
- Concentrazione comodo per analisi purge and trap: 100µg/mL in metanolo.

**novità!** ★

L'odore sgradevole dell'acqua potabile è associato alla crescita e decomposizione di microrganismi. Alghe blu-verdi, alghe verdi, diatomee e flagellate sono i quattro gruppi responsabili dei più comuni problemi di odore. La geosmina, prodotta dall'alga blu-verde, ha un odore terroso e di muschio. Gli atomoceti, batteri del fango, sono presenti anche nell'acqua superficiale e producono un altro composto dall'odore comune: il 2-metilisoborneolo.

Il valore di soglia per questi composti è basso (10ppt) e l'analisi purge and trap è frequentemente usata per quantificarli. Per aiutare a monitorare la qualità dell'acqua potabile, i ricercatori Restek hanno sviluppato questa nuova e pratica miscela di riferimento.

## Standard Odore in Acqua Potabile

(+/-)-geosmina      2-metilisoborneolo

Ciascuno

100µg/mL ciascuno in metanolo P&T, 1mL/fiala  
30608

## Cercate la Soluzione Perfetta?

Lasciate che Restek realizzi la miscela di riferimento perfetta per le vostre esatte specifiche. Contattate il vostro rappresentante Restek o visitateci in linea all'indirizzo [www.restek.com/solutions](http://www.restek.com/solutions)

## 8270 MegaMix™ (76 componenti)

acenaftene	2,4-dinitrofenolo
acenaftilene	2,4-dinitrotoluene
anilina	2,6-dinitrotoluene
antracene	di-n-butil ftalato
azobenzene <sup>1</sup>	di-n-octil ftalato
benzo(a)antracene	difenilammina <sup>2</sup>
benzo(a)pirene	fluorene
benzo(b)fluorantene	fluorantene
benzo(g,h)perilene	esaclorobenzene
benzo(k)fluorantene	esaclorobutadiene
benzil alcol	esaclorociclopentadiene
benzil butil ftalato	esacloroetano
bis 2-etilestil adipato	indeno(1,2,3-cd)pirene
bis(2-cloroetil)metano	isoforone
bis(2-cloroetil)etere	1-metilnaftalene
bis(2-cloroisopropil)etere	2-metilnaftalene
bis(2-etilestil)ftalato	2-metilfenolo
4-bromofenil fenil etere	3-metilfenolo*
carbazolo	4-metilfenolo*
4-cloroanilina	naftalene
4-cloro-3-metilfenolo	2-nitroanilina
2-cloronaftalene	3-nitroanilina
2-clorofenolo	4-nitroanilina
4-clorofenil fenil etere	nitrobenzene
crisene	2-nitrofenolo
dibenz(a,h)antracene	4-nitrofenolo
dibenzofurano	N-nitrosodimetilammina
1,2-diclorobenzene	N-nitroso-di-n-propilammina
1,3-diclorobenzene	pentaclorofenolo
1,4-diclorobenzene	fenantrene
2,4-diclorofenolo	fenolo
diethyl ftalato	pirene
dimetil ftalato	piridina
2,4-dimetilfenolo	2,3,4,6-tetraclorofenolo
1,2-dinitrobenzene	2,3,5,6-tetraclorofenolo
1,3-dinitrobenzene	1,2,4-triclorobenzene
1,4-dinitrobenzene	2,4,5-triclorofenolo
4,6-dinitro-2-metilfenolo	2,4,6-triclorofenolo

Ciascuno

1,000µg/mL ciascuno in metilene cloruro, 1mL/fiala\*  
31850

\*3-metilfenolo e 4-metilfenolo a 500µg/mL.

<sup>1</sup>1,2-difenilidrazina (analita elencato nell'8270) decompone ad azobenzene (composto in miscela).

<sup>2</sup>N-nitrosodifenilammina (analita elencato nell'8270) decompone a difenilammina (composto in miscela).

## 8270 Matrix Spike Mix (76 componenti)

Stessi composti dell'8270 MegaMix™, ma ad una concentrazione inferiore per arricchimento.

Ciascuno

200µg/mL ciascuno in metilene cloruro, 5mL/fiala\*  
31851

\*3-metilfenolo e 4-metilfenolo a 100µg/mL.

## Miscela Benzidine 8270

benzidina      3,3'-dimetilbenzidina  
3,3'-diclorobenzidina

Ciascuno

2,000µg/mL in metilene cloruro, 1mL/fiala  
31852

## 1,4-Diossano

Ciascuno

2,000µg/mL in metilene cloruro, 1mL/fiala  
31853

## certificazione "data pack" gratuita

Ora Restek offre gratuitamente le certificazioni "Data Pack" scaricabili dal sito per tutti i materiali di riferimento. È sufficiente inserire il numero di codice ed il numero di serie relativi al prodotto ordinato per ottenere un file PDF stampabile.

# Sostituzione della Colonna in un GC/MS in Pochi Minuti Senza Aerazione

Il connettore EZ No-Vent™ Consente la Riequilibrio Rapida senza Perdita di Dati

- Riduzione di oltre il 50% dei tempi morti dovuti alla sostituzione della colonna.
- Nessun attrezzo particolare richiesto – nessuna connessione extra – basso costo.
- Placcato oro per migliorare l'inerzia.
- Una transfer line da 100µm ID mantiene gli analiti focalizzati.

Innovazione!  
Restek!

Nell'EZ No-Vent™ è un orifizio critico, realizzato con il laser, a ridurre la quantità di aria che ha accesso alla sorgente MS, eliminando la necessità di gas di spurgo e del lungo ciclo sfiato/pompaggio altrimenti necessario dopo ogni cambio di colonna. Il risparmio in termini di tempo è di ore per ogni cambio di colonna. Il connettore EZ No-Vent™ si collega facilmente alla sorgente senza bisogno di attrezzi particolari per il montaggio o di ulteriori tubi di collegamento. La Figura 1 mostra il connettore installato e pronto all'uso.

Abbiamo verificato l'incidenza del connettore EZ No-Vent™ sul volume morto, utilizzando un campione gassoso con componenti altamente volatili, perché essi, in presenza di volumi morti, subiscono un forte scodamento.

Per riferimento abbiamo installato il connettore in un sistema GC/MS con un purge-and-trap, usando inizialmente una porta iniettore split e con la colonna introdotta direttamente nell'interfaccia

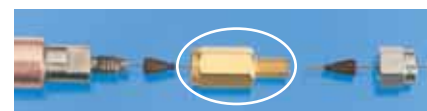
della massa. Successivamente abbiamo aggiunto il connettore EZ No-Vent™ all'interfaccia. Come abbiamo detto, qualsiasi volume morto nella connessione avrebbe provocato un significativo scodamento e allargamento dei picchi, rispetto a quanto ottenuto con la connessione diretta. La forma dei picchi è risultata ottima.

Dopo avere stabilito che il connettore non ha effetto sulla forma del picco, abbiamo valutato la sua capacità di stabilizzare la MS dopo unna sostituzione di colonna senza aerazione. Abbiamo usato sempre un sistema purge-and-trap ed un campione di volatili alogenati come campione. Abbiamo acquisito la Figura 2a, cambiato la colonna, e acquisito la Figura 2b 76 minuti più tardi. Osservate le ottime forme dei picchi e le risposte invariate. Nell'intervallo tra le due analisi abbiamo verificato la calibrazione del MSD e il sistema ha superato il test basato sul criterio del bromofluorobenzene (BFB). Le successive indagini dettagli-

ate hanno stabilito che il connettore EZ No-Vent™ permette di cambiare numerose colonne nello stesso giorno, senza pericolo per la massa o perdita di dati.

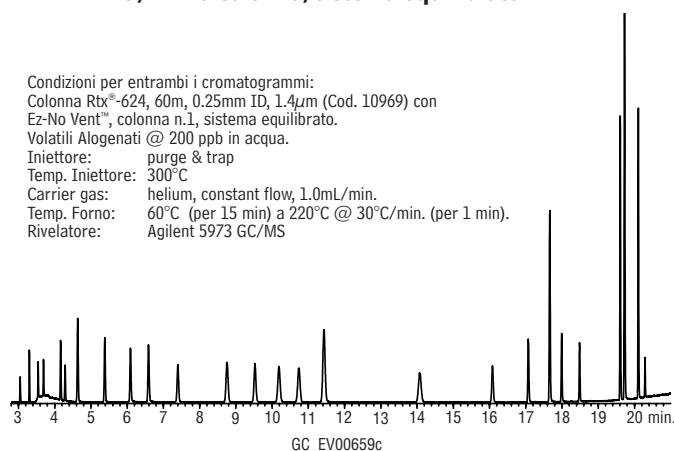
Se siete stanchi di aspettare che la vostra massa si stabilizzi dopo avere cambiato la colonna, vi raccomandiamo fortemente l'uso dell'EZ No-Vent™. Il connettore riduce il tempo di inutilizzo della massa ed aumenta la produttività.

**Figura 1** Transfer line installato in un connettore EZ No-Vent™. La connessione può essere eseguita velocemente, senza utensili particolari.

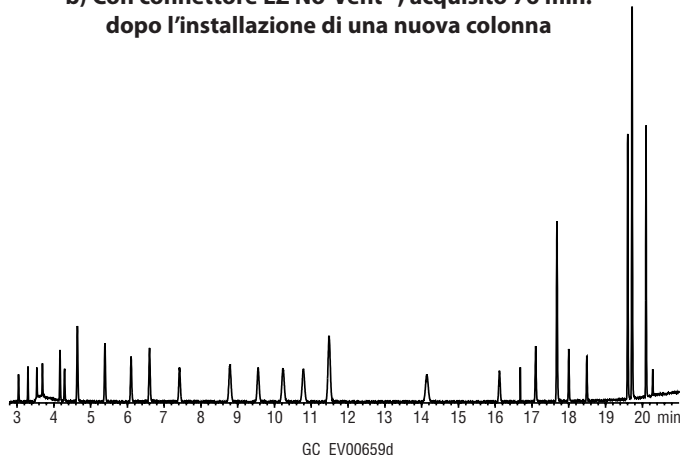


**Figura 2** Campione acquisito un campione entro un'ora e mezza dopo il cambio di colonna, grazie al connettore EZ No-Vent™.

**a) Prima colonna, sistema equilibrato**



**b) Con connettore EZ No-Vent™, acquisito 76 min. dopo l'installazione di una nuova colonna**



Condizioni per entrambi i cromatogrammi:  
Colonna Rtx®-624, 60m, 0.25mm ID, 1.4µm (Cod. 10969) con Ez-No Vent™, colonna n.1, sistema equilibrato.  
Volatili Alogenati @ 200 ppb in acqua.  
Iniettore: purge & trap  
Temp. Iniettore: 300°C  
Carrier gas: helium, constant flow, 1.0mL/min.  
Temp. Forno: 60°C (per 15 min) a 220°C @ 30°C/min. (per 1 min).  
Rivelatore: Agilent 5973 GC/MS

## Connettore EZ No-Vent™ Colonna GC - Spettrometro di Massa

Descrizione	q.tà	Cod.
Kit EZ No-Vent™ per sistemi GC/MS Agilent 5971/5972 e 5973 (Il kit comprende: il connettore EZ No-Vent™, le ferrule da 0,4mm ID per collegare la colonna capillare, le ferrule da 0,4mm ID per collegare la transfer line disattivata da 100µm (3 ft. – 90cm), e il dado e il tappo EZ No-Vent™ per la colonna.)	kit	21323
Ferrule di ricambio per collegare la colonna capillare all' EZ No-Vent™: 0,4mm ID	2-conf.	21015
0,5mm ID	2-conf.	21016
Ferrule di ricambio per collegare il transfer line all' EZ No-Vent™: 0,4mm ID	2-conf.	21043
Transfer line disattivato di ricambio: 100µm ID	3 ft.	21018
Dado colonna di ricambio per EZ No-Vent™	5-conf.	21900
Tappo di ricambio per EZ No-Vent™ Plug	2-conf.	21915
Chiave inglese da 1/4" x 3/16"	2-conf.	20110

Restek offre consumabili e strumenti innovativi per la tua massa. Consultate il nostro catalogo generale.

Lo sapevi?



# Instrument Innovations

Semplificatevi la Vita in Laboratorio

Il team Restek Instrument Innovations si è impegnato per introdurre nuovi prodotti e mantenere la nostra reputazione di fornitori di ricambi fabbricati, accessori e prodotti operativi per gascromatografia. Faremo qualsiasi sforzo per fornirvi i migliori ricambi, proponendovi i nostri miglioramenti e design speciali.

**Siamo la Vostra Fonte N. 1 per Consumabili e Prodotti!**

## Chiave Iniettore per Shimadzu 17A e GC 2010

- Disegnata specificatamente per rimuovere il blocco iniettore Shimadzu
- Realizzata in acciaio inossidabile di alta qualità.



Descrizione	Analogo al Cod. Shimadzu	q.tà	Cod.
Chiave Iniettore per Shimadzu GC	221-46977-00	Ciascuno	21159

## Kit Alloggiamento Setto per GC TRACE™ 2000

- Comprende il supporto del setto e l'alloggiamento.
- Fatto di acciaio inossidabile di alta qualità.



Descrizione	Analogo al Cod. TF	q.tà	Cod.
Kit Alloggiamento Setto per GC TRACE™ 2000	23303015	Ciascuno	21299
	350054335		

## Guarnizioni Argento PTV per GC Agilent 6890



Descrizione	Analogo al Cod. Agilent	q.tà	Cod.
Guarnizioni Argento PTV per GC Agilent 6890	5182-9763	5-conf.	21409


## Postazioni di Montaggio Iniettore per Autocampionatore Agilent

- Prestazioni equivalenti a parti OEM.



Descrizione	Analogo al Cod. Agilent	q.tà	Cod.
Postazione di Montaggio Iniettore per Autocampionatore Agilent 7673A e B	18597-60805	Ciascuno	21236
Postazione di Montaggio Iniettore per Autocampionatore Agilent 7683A	07673-21140	Ciascuno	21237
Postazione di Montaggio Iniettore per Autocampionatore Agilent 7683N	G2613-20500	Ciascuno	21172

## Liner Splitless per GC PerkinElmer

Liner Splitless per GC PerkinElmer	Vantaggi/Usi:	ID*/OD e Lunghezza (mm)	Ciascuno	Cod. 5-conf.	25-conf.
	Headspace e purge & trap	1.0 ID 6.2 OD x 92.1	21272	21273	21274

\*ID nominale nel punto di espulsione all'ago della siringa.

## Guarnizioni Iniettore con Doppio Anello in Vespel®

- L'anello in Vespel® sulla superficie inferiore consente di eliminare la rondella.
- L'anello in Vespel® sulla superficie superiore riduce la variabilità di tenuta legata all'operatore perché richiede meno forza per fare tenuta.
- Aumenta la durata della colonna perché impedisce la permeazione dell'ossigeno nel carrier gas.

### Niente più rondella!



Disponibile con trattamento Siltek™, placcata oro o in acciaio inossidabile non trattato.

La nostra Guarnizione Iniettore con Doppio Anello in Vespel® migliora fortemente le prestazioni della porta iniettore. Essa rimane sigillata, anche dopo ripetuti cicli termici, senza bisogno di stringere nuovamente il dado riducente! Questa guarnizione è una nuova versione della nostra popolare Guarnizione Iniettore con Anello in Vespel®, e presenta due anelli deformabili in Vespel®, uno incorporato sulla superficie superiore e l'altro su quella inferiore. Gli anelli in Vespel® permettono di eliminare la rondella e assicurano la formazione di una tenuta a prova di perdita, applicando una torsione minima. Questi anelli non danneggiano la giunzione critica del corpo dell'iniettore né qualsiasi altra superficie e non entrano in contatto con il campione. Secondo i test effettuati, si ottiene una tenuta ugualmente efficace stringendo con forze da 5 a 60 in. lb.

Perché affidarsi ad una giunzione metallo-su-metallo, quando è possibile realizzare velocemente e facilmente una tenuta perfetta, più affidabile e senza la variabile della rondella, usando una Guarnizione Iniettore con Doppio Anello in Vespel® della Restek? Per l'analisi di composti non reattivi è sufficiente usare una Guarnizione Iniettore con Doppio Anello in Vespel® in acciaio non trattato. Per ridurre gli effetti di decomposizione e adsorbimento di composti attivi, sono da preferire le versioni in oro-placcato o con trattamento Siltek™. Il trattamento Siltek™ fornisce il massimo grado di inerzia.

### Guarnizione Iniettore con Doppio Anello in Vespel® da 0,8mm ID

	2-conf.	10-conf.
Siltek™	21242	21243
Gold-Plated	21240	21241
Acciaio Inossidabile	21238	21239

### Guarnizione Iniettore con Doppio Anello in Vespel® da 1.2mm ID

	2-conf.	10-conf.
Siltek™	21248	21249
Gold-Plated	21246	21247
Acciaio Inossidabile	21244	21245

\*In Attesa di Brevetto

# Prodotti per Cromatografia

## Generatore di Gas FID-1000

Sorgente Comoda e Sicura di Aria Zero ed idrogeno Puro

- Una singola unità produce aria zero UHP da aria compressa ed idrogeno puro al 99,9995% da acqua deionizzata
- Ideale per alimentare 1-2 FID, FTD o FPD.
- Elimina le scomode e pericolose bombole
- Silenzioso e richiede solo una minima attenzione da parte dell'operatore per il funzionamento

**novità!**



Il generatore di gas FID-1000 Gas Station della Parker Balston fornisce sia gas combustibile idrogeno a grado UHP sia aria a grado zero (<0,1ppm THC) per detector a ionizzazione di fiamma per gas cromatografia. Il sistema è progettato specificatamente per fornire gas combustibile a 1 o 2 FID e per alimentare detector termoionici a fiamma e a fiamma fotometrica.

Il generatore può produrre fino a 1000cc/min. di aria zero attraverso la purificazione di aria da compressore riducendo la concentrazione totale di idrocarburi a meno di 0,1ppm (misurata come metano).

Il generatore di idrogeno produce gas idrogeno da acqua deionizzata, sfruttando il principio della dissociazione elettrolitica dell'acqua e della conduzione del protone idrogeno attraverso una cella a membrana scambiatrice. L'idrogeno è fornito a 90cc/min. ed a pressioni fino a 60 psig.

Conforme a Standard Internazionali

Prodotti e supportati da un'organizzazione certificata ISO 9001, i generatori di idrogeno Parker Balston, sono costruiti per soddisfare i più severi standard - CSA, UL, CE e IEC 1010.

Quando ordinate un FID-100 Gas Station per utilizzo in paesi diversi dagli Stati Uniti, aggiungete il suffisso corrispondente al cavo di alimentazione appropriato (Vd. Tab. a destra) al codice della Gas Station.

## Ferrule in Vespel®

- 100% polimide ad alta temperatura.
- Stabile fino a 350°C.
- Durevole, tende a sigillarsi alla colonna in modo permanente.



Dimensione Connettore	Diametro Foro	q.tà	Cod..
1/16"	0.3mm	10-conf.	22213
1/16"	0.4mm	10-conf.	22214
1/16"	0.5mm	10-conf.	22215
1/16"	0.8mm	10-conf.	22216
1/16"	1.0mm	10-conf.	22217
1/16"	1.2mm	10-conf.	22218
1/8"	1/16"	10-conf.	22210
1/8"	1/8"	10-conf.	22211
1/4"	1/4"	10-conf.	22212
1/4"	1/8"	10-conf.	22219

## Ferrule Alumaseal™ \*

- L'uso dell'alluminio impedisce la rottura e lo sbriciolamento.
- Elimina le perdite di gas e realizza giunzioni a tenuta per avere un basso rumore di fondo del rivelatore.
- Non richiede strette ulteriori dopo cicli di temperatura: ideale per GC/MS.
- L'esclusivo disegno a due pezzi blocca la ferrula permanentemente al tubo in silice fusa, senza provocarne la rottura.
- Non si attacca ai connettori, come invece accade con il Vespel® o la grafite.
- Utilizzabile con qualsiasi connettore da 1/16" a compressione.



ID Ferrula	Adatta per Colonne con ID	q.tà	Cod.
0.4mm	0.25mm	10-conf.	21472
0.5mm	0.32mm	10-conf.	21473
0.8mm	0.53mm	10-conf.	21474

\*In Attesta di Brevetto

## Specifiche: FID-1000 Gas Station

	Idrogeno	Aria Zero
Purezza Gas	99.9995%	<0.1ppm idrocarburi totali
Flusso	90cc/min.	1000cc/min.
Pressione in Uscita	60psig	40-125psig*
Connessione Ingresso	NA	1/4" NPT (femmina)
Uscita	1/8" compression	1/8" a compressione
Requisiti Potenza	120VAC/amp	
Dimensioni	16.5 x 10.5 x 17" (h x w x d) 42 x 27 x 43cm	
Peso a Secco	46lbs / 21kg	

\*L'ingresso Aria Zero richiede almeno 40psig di pressione dal compressore.

Descrizione	q.tà	Cod.
FID-1000 Gas Station	Ciascuno	20177

## Set di Cavi Alimentazione Internazionali

Paese	q.tà	Suffisso da aggiungere al Cod.
Gran Bretagna (230VAC, 50/50Hz)	Ciascuno	-550
Europa (230VAC, 50/60Hz)	Ciascuno	-551
Solo Connettore IEC (230VAC, 50/60Hz)	Ciascuno	-552



Per generatori di idrogeno, azoto e aria zero oltre a purificatori per gas, consultate il nostro catalogo generale.

## Elimina i Compromessi nella Tenuta!



# Lampade di Ricambio per Rivelatori HPLC

- Soddisfa o supera le prestazioni del produttore originale.
- Semplifica il lavoro cartaceo: potete ordinare i ricambi insieme alle colonne e ai consumabili.

Oltre alle lampade qui elencate, disponiamo di una vasta gamma di parti di ricambio e di accessori HPLC. Consultate l'elenco completo sul nostro sito web o richiedete la pubblicazione Cod. 59012. Se non trovate il prodotto di interesse, contattateci: stiamo costantemente aggiornando nuove parti per soddisfare le vostre necessità.



Descrizione	Modello N.	Analogo al Cod. OEM	q.tà	Cod.
<b>Per Sistemi HPLC Agilent</b>				
Lampada Detector, 1090 DA, 1050 VW/DA/MWD	1090, 1050	79883-60002	Ciascuno	25260
Lampada, DAD G1315A, G1365A	1100	2140-0590	Ciascuno	25261
Lampada, VWD G1314A	1100	G1314-60100	Ciascuno	25262
8453 Lampada Deuterio	—	2140-0605	Ciascuno	25263
G1321 Lampada Flash per Detector a	—	2140-0600	Ciascuno	25264
<b>Per Sistemi HPLC Beckman</b>				
Lampada Deuterio	DU60, 62, 64, 65	596791	Ciascuno	25454
<b>Per Sistemi HPLC Hitachi</b>				
Lampada Deuterio, Preallineata	L4000, L4200, L4250, L7400	885-3570	Ciascuno	25465
<b>Per Sistemi HPLC PerkinElmer</b>				
Lampada Deuterio	PE Lambda-2, 5, 7, 8, 10, 11, 12, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 40, 800, 900	B0160917	Ciascuno	25436
Lampada Deuterio	PE 200/785A	N2920149	Ciascuno	25431
<b>Per Sistemi HPLC Shimadzu</b>				
Lampada Deuterio	SPD-6A	062-65056-02	Ciascuno	25283
Lampada Deuterio	SPD-10A, 10AV	228-34016-02	Ciascuno	25284
<b>Per Detector Acquas™</b>				
Lampada Xenon (senza alloggiamento e specchio)	470	—	Ciascuno	25404
Lampada Xenon	474	—	Ciascuno	25405
Lampada Deuterio (UV/Vis)	480, 481	99499	Ciascuno	25403
Lampada Deuterio (UV/Vis)	484	80357	Ciascuno	25406
Lampada Deuterio (UV/Vis)	486	80678	Ciascuno	25407
Lampada Deuterio	996, 2996	WAT052586	Ciascuno	25408
Lampada Deuterio	2487	WAS081142	Ciascuno	25409
Lampada Deuterio, lunga durata (2000 ore)	486	—	Ciascuno	25410

## Letteratura! Gratis!



### Parti di Ricambio Realizzate da Restek per Sistemi HPLC (Cod. 59012-INT)

Nel corso del tempo la lampada del rivelatore, le check valve, le guarnizioni del pistone della pompa ed altre componenti si usano o diventano contaminate. Continuare a lavorare con parti difettose significa ottenere una cromatografia scarsa e, probabilmente, accorciare la durata della colonna. Questa pubblicazione di 4 pagine riporta un'ampia selezione di ricambi Restek per strumenti Agilent, Beckman, Hitachi, PerkinElmer, Shimadzu e Acquas per mantenere questi sistemi regolarmente funzionanti e la cromatografia precisa. Le Parti di Ricambio Realizzate da Restek uguagliano o superano le prestazioni dei componenti originali.



### Prossimamente... Accessori e Colonne HPLC (Cod. 59241B-INT)

Nuova edizione espansa 2004-2005 comprendente le caratteristiche delle colonne e dei materiali bulk, ricambi per strumenti, attrezzi innovativi ed accessori, oltre a molti cromatogrammi di esempio.



Lit. Cat. # 59051-ITL  
©2004 Restek Corp.

**Marchi Registrati Restek:** Alumaseal, Crossbond, EZ No-Vent, MegaMix, Press-Tight, Resprep, Rtx, SeCure, Silcosteel, Silcote, Siltek, Stabilwax, and the Restek logo.

**Altri marchi registrati (e rispettivi proprietari):** Agilent (Agilent Technologies, Inc.), Teflon, Vespel (E.I. du Pont de Nemours & Co., Inc.), Trace (Thermo Finnigan).

**DISTRIBUITA DA:**