

Étude de stabilité de l'endrine et du DDT avec Intuvo selon la méthode EPA 525.2 d'analyse de l'eau potable

Avantage technologique : GC Agilent Intuvo 9000 avec MSD

Introduction

L'endrine et le 4,4'-DDT sont des pesticides organochlorés fréquemment utilisés pour déterminer l'inertie et la propreté du circuit en chromatographie en phase gazeuse (GC). À haute température, les sites actifs exposés, les matrices résiduelles et les débris de septum peuvent provoquer la décomposition du 4,4'-DDT en 4,4'-DDD et en 4,4'-DDE, ainsi que l'isomérisation de l'endrine en endrine cétone et en endrine aldéhyde^{1,2,3}. Le DDT est thermiquement stable aux températures généralement utilisées pour l'analyse environnementale par GC. Sa dégradation requiert la présence d'une surface active, comme une matrice ou des débris, pour catalyser les réactions de déchloration⁴. En revanche, l'isomérisation de l'endrine peut se produire à haute température en l'absence de catalyseur et de débris^{5,6}. Par conséquent, la température de la puce Guard Chip et la température du bus doivent être choisies avec soin lors de l'analyse d'endrine avec le GC Agilent Intuvo 9000.

En raison de l'instabilité de l'endrine et du 4,4'-DDT, plusieurs méthodes de l'Agence de protection de l'environnement américaine (US EPA) requièrent leur utilisation afin de vérifier l'inertie d'un système avant les analyses quantitatives. Par exemple, la méthode US EPA 525.2 pour la détermination des composés organiques dans l'eau potable fixe la limite maximale de dégradation à 20 % pour ces deux composés. Si cette limite est dépassée, le système est jugé inapproprié pour les analyses et requiert une maintenance corrective⁷.

Cette note d'application démontre que le GC Agilent Intuvo 9000 peut satisfaire aux critères de vérification des performances instrumentales tels qu'ils sont définis dans la méthode US EPA 525.2.

Données expérimentales

Instruments

- GC Agilent Intuvo 9000
- MSD Agilent 5977 avec source à EI inerte
- Colonne Agilent DB-UI 8270D
30 m × 0,25 mm, 0,25 µm
(122-9732-INT)
- Insert Agilent Ultra Inert sans division à double rétreint (5190-4007)

Préparation d'échantillons

La solution de vérification des performances instrumentales (IPC, Instrument Performance Check) a été préparée en diluant une solution étalon contenant du DFTPP, du 4,4'-DDT et de l'endrine (GCM-160A, ULTRA Scientific) à une concentration finale de 5 ng/µL dans du chlorure de méthylène.

Résultats et discussion

Les injections ont été effectuées en répétant une série constituée de 3 à 5 injections de solution IPC, suivies de 10 injections de blancs (acétate d'éthyle) et à nouveau de 3 à 5 injections de solution IPC. Cette série a été répétée jusqu'à ce que 310 injections de blancs aient été effectuées, sur un total de 404 injections. Pour chaque injection de la solution IPC, le pourcentage de dégradation du 4,4'-DDT et de l'endrine a été calculé, comme spécifié dans la méthode 525.2.

La figure 1 représente le pourcentage de dégradation moyen par nombre d'injections, avec des barres d'erreur pour symboliser l'écart-type. Le pourcentage de dégradation calculé pour chaque mesure était bien inférieur à la limite de 20 % pour les deux composés. Pour l'ensemble des mesures, le pourcentage de dégradation moyen du 4,4'-DDT et de l'endrine était de respectivement 0,91 et 3,71 %. Pour atteindre une telle qualité de résultat, il est important de programmer la température de la puce Guard Chip de façon à ce qu'elle corresponde à la température de la colonne (ou d'utiliser le mode de suivi du four) et de maintenir la température du bus entre 245 et 270 °C.

Conditions relatives à l'instrument

Paramètre	Valeur
Volume d'injection	1 µL
Injecteur	Split/Splitless 250 °C Sans division pulsé à 30 psi jusqu'à 0,5 minute Purge 50 mL/min à 0,5 minute Purge de septum 3 mL/min
Guard chip	40 °C pendant 1 minute, 25 °C/min jusqu'à 160 °C, 3 minutes, 6 °C/min jusqu'à 260 °C
Température de colonne	40 °C pendant 1 minute, 25 °C/min jusqu'à 160 °C, 3 minutes, 6 °C/min jusqu'à 260 °C
Température du bus	260 °C (par défaut)
Débit	Débit constant de 1,2 mL/min
Température de la ligne de transfert	260 °C
Disque d'extraction	6 mm (en option)
Température de la source d'ionisation	260 °C
Température du quadripôle	180 °C

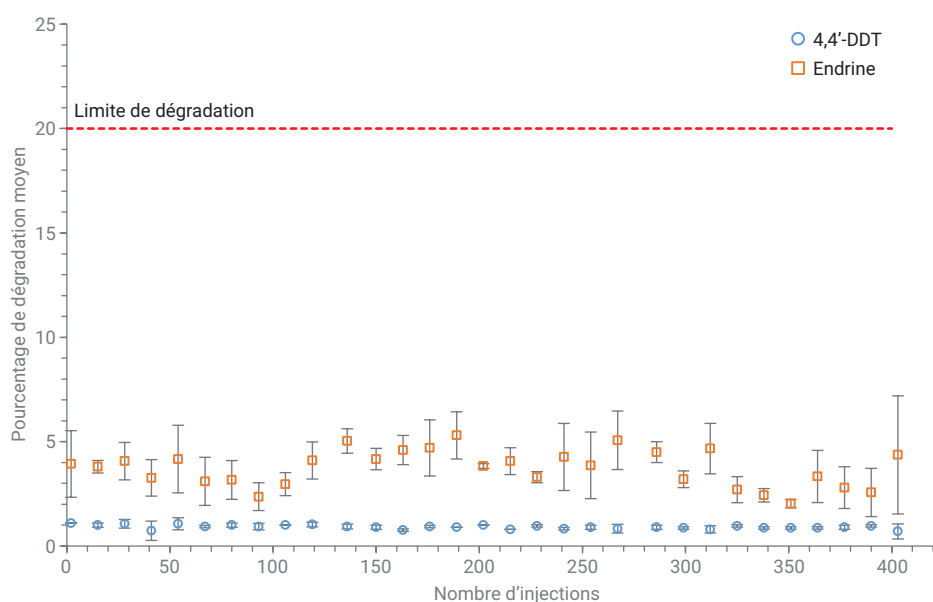


Figure 1 : Mesures de la dégradation du 4,4'-DDT et de l'endrine

La figure 2 représente la comparaison entre la première et la dernière injection de solution de vérification des performances. Les différences entre les deux chromatogrammes sont minimales. Il est vraisemblable que le pic de faible intensité à 18,5 minutes dans le dernier chromatogramme corresponde à un produit d'oxydation du DFTPP. L'oxydation du DFTPP a probablement eu lieu dans le flacon, en raison de son exposition prolongée à l'air et à la lumière à température ambiante dans la file d'attente du passeur automatique d'échantillons.

La stabilité des réglages a également été évaluée selon les critères de rapports d'intensité des ions de la méthode 525.2, en plus de la détermination de l'inertie du système. Les critères de réglage relatifs au DFTPP ont été respectés pour chaque injection de la solution de vérification des performances.

Conclusions

Comme l'ont montré les mesures du 4,4'-DDT et de l'endrine, le circuit du GC Agilent Intuvo 9000 possède une excellente inertie de l'injecteur au détecteur. Ce système respecte pleinement les critères d'inertie tels que spécifiés dans la méthode US EPA 525.2 d'analyse des composés organiques dans l'eau potable.

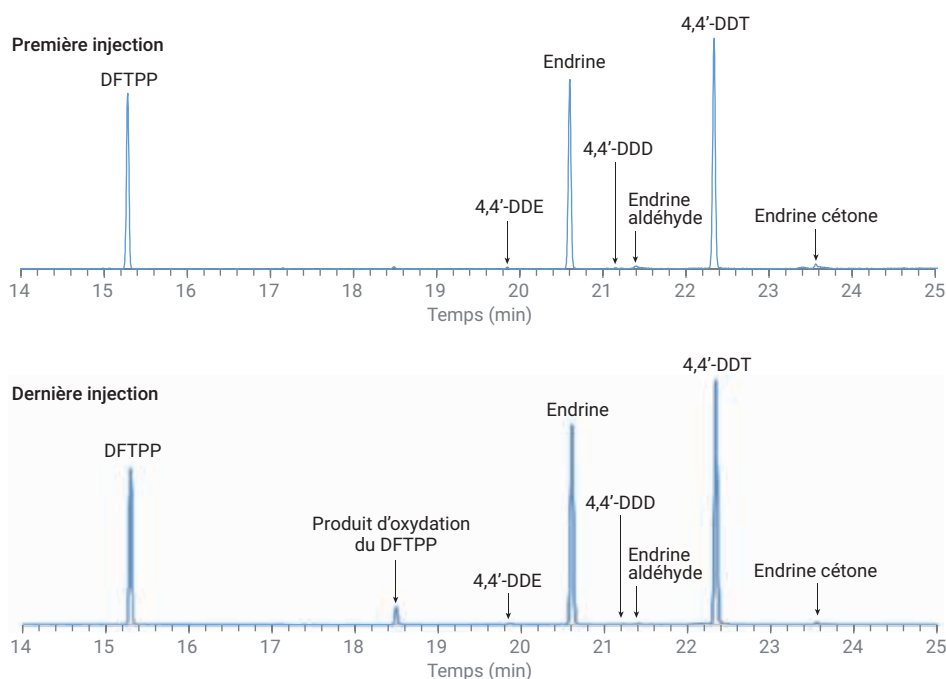


Figure 2 : Chromatogrammes obtenus pour la première et pour la dernière injection de solution de vérification des performances

Références

1. Grob, K. Split and Splitless Injections for Quantitative Gas Chromatography; Wiley-VCH: Weinheim, **2003**; p. 134.
2. Wylie, P. L.; *et al.* Using Electronic Pressure Programming to Reduce the Decomposition of Labile Compounds During Splitless Injection, *HRC J. High Resolut. Chromatogr.* **1992**, 15, 763-768.
3. Westland, J.; Organtini, K.; Dorman, F. L.; Evaluation of Lifetime and Analytical Performance of Gas Chromatographic Inlet Septa for Analysis of Reactive Semivolatile Organic Compounds, *J. Chromatogr. A.* **2012**, 1239, 72-77.
4. Gryglewicz, S.; Piechocki, W. Conversion Pathways of DDT and Its Derivatives during Catalytic Hydrodechlorination, *Polish J. of Environ. Stud.* **2010**, 19(4), 715-721.
5. Phillips, D. D.; *et al.* Thermal Isomerization of Endrin and Its Behavior in Gas Chromatography, *J. Agric. Food Chem.* **1962**, 10(3), 217-221.
6. Fukunaga, T.; Clement, R. A. Thermal and Base-Catalyzed Isomerization of Birdcage and Half-Cage Compounds, *J. Org. Chem.* **1997**, 42(2), 270-274.
7. Munch, J. W. Method 525.2: Determination of Organic Compounds in Drinking Water by Liquid-Solid Extraction and Capillary Column Gas Chromatography/Mass Spectrometry. *United States Environmental Protection Agency*, Department of Water, **1995**.

www.agilent.com/chem

Ces informations peuvent être modifiées sans préavis.