

Bestimmung vom Benzol und seinen Derivaten in Wasser mit dem Agilent 8697 Headspace-Probengeber und 8890 GC-System

Autor

Youjuan Zhang
Agilent Technologies, Inc.

Zusammenfassung

Diese Application Note beschreibt eine Methode für die Analyse von Benzol und seinen Derivaten nach der Methode HJ 1067-2019, einer chinesischen Industrienorm für den Umweltschutz. Der Agilent 8697 Headspace-Probengeber gekoppelt mit einem Agilent 8890 GC-System mit Flammenionisationsdetektion (FID) ermöglicht nachweislich eine zuverlässige und wirtschaftliche Analyse von Benzol und seinen Analoga in Wasser.

Einleitung

HJ 1067-2019 ist eine Methode, die die Bestimmung von Benzol und seinen Analoga in Wasser mittels Headspace-GC und FID beschreibt. Probenextraktion, Analyse, Identifizierung und Quantifizierung sind in dieser Methode detailliert festgelegt.

Diese Application Note zeigt, dass der Agilent 8697 Headspace-Probengeber gekoppelt mit dem Agilent 8890 GC-System eine genaue und zuverlässige Analyse von Benzol und bestimmten Derivaten in Wasser ermöglicht. Dieses System erreicht problemlos die Leistungsspezifikationen für die in Methode HJ 1067-2019 aufgeführten Verbindungen. Die für diese Zielsubstanzen ermittelten Kalibrierungskurven entsprachen den Anforderungen der Methode, und die Korrelationskoeffizienten lagen deutlich über 0,999. Die relative Standardabweichung (RSD) wurde für jede Verbindung bestimmt. Die prozentuale relative Standardabweichung der Fläche betrug 1,3 bis 2,4 % und die prozentuale relative Standardabweichung der Retentionszeit lag unter 0,045 %. Die Methodennachweisgrenze (MDL) war für alle Verbindungen $\leq 0,2 \mu\text{g/l}$. Es wurden zufriedenstellende Wiederfindungsraten von etwa 99,1 bis 101,7 % erreicht.

Experimentelles

Chemikalien und Reagenzien

Alle Reagenzien und Lösungsmittel waren von HPLC- oder Analysenqualität. Alle Einzelstandards für Benzolverbindungen wurden von ANPEL Laboratory Technologies (Shanghai) Inc. bezogen.

Lösungen und Standards

Die gemischten Standard-Stammlösungen wurden durch Zugabe definierter Mengen jeder Einzelstandardverbindung hergestellt. Die Stammlösung von acht Verbindungen in der Konzentration von $1000 \mu\text{g/ml}$ wurde in Methanollösung hergestellt. Die Stamm-Zwischenlösungen in Konzentrationen von 10 und $100 \mu\text{g/ml}$ wurden in Methanol hergestellt.

Für jede Kalibrierungsstufe wurden sechs Headspace-Probenflaschen hergestellt, indem jede Probenflasche mit 3 g Natriumchlorid und 10 ml Reinstwasser gefüllt und mit unterschiedlichen Mengen an Stammlösung und Stamm-Zwischenlösung versetzt wurde, um die erforderlichen Konzentrationen zu erreichen. Die Kalibrierungsstandards wurden in Standardkonzentrationen von 10, 20, 50, 200, 500 und $2000 \mu\text{g/l}$ hergestellt. Vor dem Einsetzen der Proben in den Headspace-Probenteller wurden die Probenflaschen geschüttelt, bis das Natriumchlorid vollständig aufgelöst war.

Gerätebedingungen

Die Trennung erfolgte mit dem Agilent 8697 Headspace-Probengeber gekoppelt mit einem Agilent 8890 GC/FID. Die Agilent OpenLab CDS 2.5 Software wurde für die Datenakquisition und die Analyse eingesetzt. Die Gerätebedingungen sind in Tabelle 1 zusammengefasst.

Tabelle 1. Gerätebedingungen.

Parameter	Wert
Agilent 8697 Headspace-Probengeber	
Schleifengröße	1 ml
Druckgas	Stickstoff
Ofentemperatur	80 °C
Schleifentemperatur	80 °C
Übertragungsleitungs-temperatur	100 °C
Äquilibrierungszeit der Probenflaschen	40 min
Injektionsdauer	0,5 min
Probenflaschengröße	20 ml
Fülldruck	15 psi
Schleifen-Füllmodus	Standard
Schütteln der Probenflaschen	Stufe 8
Agilent 8890 GC	
Einlass	Split/Splitless 200 °C, Splitverhältnis 10:1 Liner: Gerade, deaktiviert, 2 mm ID (Bestell-Nr. 5181-8818)
Säule	Agilent J&W HP-INNOWax, 30 m x 0,32 mm, 0,5 μm (Bestell-Nr. 19091N-2131)
Trärgas	Stickstoff, 2 ml/min, konstanter Fluss
Ofen	40 °C (5 min), dann 5 °C/min bis 80 °C (5 min), dann 30 °C/min bis 200 °C (5 min)
FID	250 °C, Wasserstoff: 30 ml/min, Luft: 300 ml/min

Ergebnisse und Diskussion

Abbildung 1 zeigt ein typisches Chromatogramm, das mit dem HS/GC/FID-System für die acht Benzolverbindungen in einer Konzentration von 200 µg/l erhalten wurde. Das System bietet eine gute Auflösung und Peakform für alle Verbindungen. Wie aus Abbildung 1 ersichtlich ist, wurde für Ethylbenzol, *p*-Xylol und *m*-Xylol auf einer HP-INNOWax-Säule eine Basislinientrennung erreicht.

Die Kalibrierungskurven für die Benzolverbindungen lieferten ausgezeichnete Ergebnisse. Die Linearität des gesamten untersuchten Bereichs zeichnete sich für alle Verbindungen durch einen Kalibrierungskoeffizienten (R^2) von 0,9998 oder höher aus. Abbildung 2 zeigt die Informationen der Kalibrierungskurven für Benzol und Ethylbenzol, die mit diesem System erhalten wurden. Die R^2 -Werte der Verbindungen sind in Tabelle 2 zusammengefasst. Die Wiederholbarkeit ($n = 8$) wurde an den Konzentrationen 20 und 200 µg/l getestet. Die prozentuale relative Standardabweichung der Fläche betrug 1,3 bis 2,4 % und die prozentuale relative Standardabweichung der Retentionszeit lag unter 0,045 % (siehe Tabelle 3).

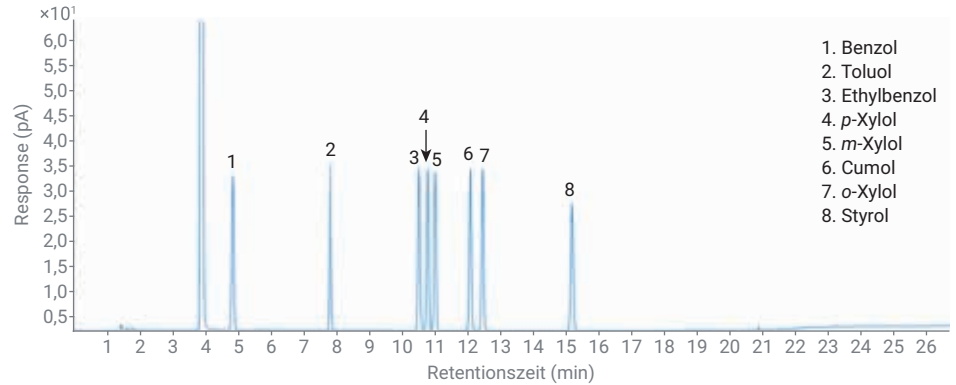


Abbildung 1. Chromatogramm der acht Zielverbindungen in einer Konzentration von 200 µg/l.

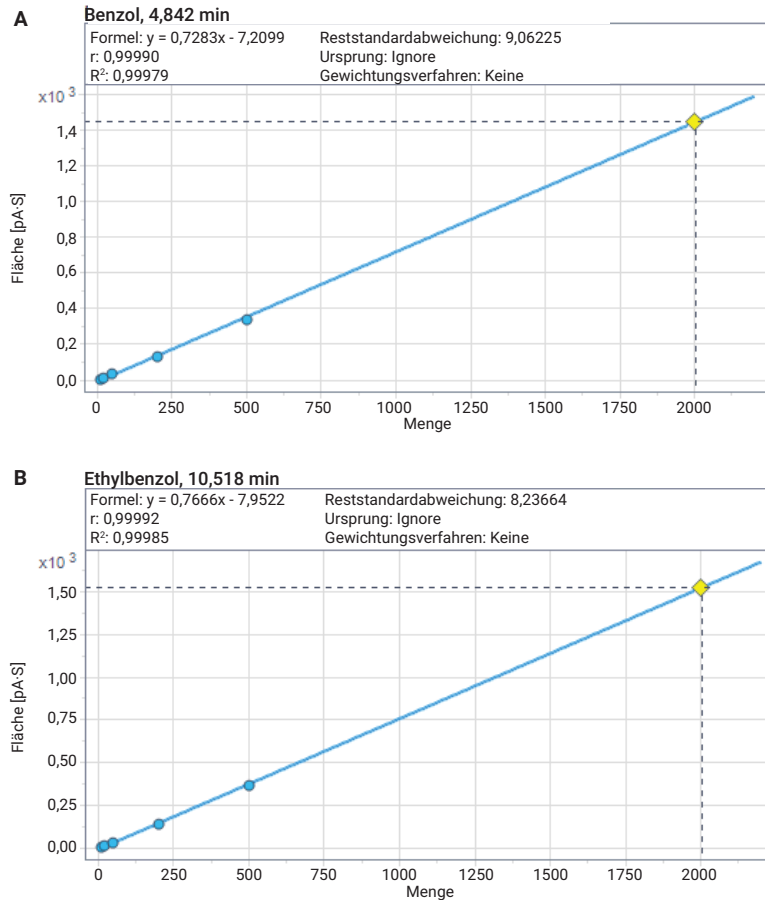


Abbildung 2. (A) Kalibrierung von Benzol von 10 bis 2000 µg/l. (B) Kalibrierung von Ethylbenzol von 10 bis 2000 µg/l.

Das Signal/Rauschen-Verhältnis (S/N) wurde für die Berechnung der Methodennachweisgrenze (MDL) verwendet. Zum Testen der MDL wurde die Standardlösung mit einer Konzentration von 2 µg/l verwendet. Die Werte aller Verbindungen sind in Tabelle 3 aufgeführt. Die Methodennachweisgrenzen waren für alle Verbindungen ≤ 0,2 µg/l, was den Spezifikationen der Methode HJ 1067-2019 entspricht.

Die Wiederfindungsraten der Methode wurden durch die Analyse versetzter und unversetzter Wasserproben bestimmt. Leitungswasser wurde in einer Konzentration von 200 µg/l mit Standards versetzt, die Benzol und seine Derivate enthielten. Es wurden sechs parallel versetzte Proben nach derselben Methode analysiert. Die Wiederfindung wurde nach Gleichung 1 berechnet.

Konz. versetzte Probe: die auf Basis der Kalibrierungskurve berechnete Konzentration der versetzten Proben.

Konz. Probe ohne Zusatz: die auf Basis der Kalibrierungskurve berechnete Konzentration der Proben ohne Zusatz.

Konz. Zusatz: die Konzentration der Benzolverbindungen in den versetzten Proben, 200 µg/l.

Die in Tabelle 3 aufgeführten Wiederfindungsdaten veranschaulichen, dass die Wiederfindungsergebnisse für 200 µg/l im Bereich von 99,1 bis 101,7 % lagen.

Tabelle 2. R²-Werte für Benzol und seine Derivate im Kalibrierungsstandard über den Bereich dieser Studie von 10 bis 2000 µg/l.

Nr.	Verbindung	RT	Formel	R ²
1	Benzol	4,839	y = 0,7283x - 7,2099	0,9998
2	Toluol	7,807	y = 0,7677x - 8,5950	0,9998
3	Ethylbenzol	10,519	y = 0,7666x - 7,9522	0,9999
4	p-Xylol	10,771	y = 0,7541x - 7,7485	0,9999
5	m-Xylol	10,994	y = 0,7561x - 7,7873	0,9999
6	Cumol	12,068	y = 0,7571x - 5,4705	0,9999
7	o-Xylol	12,463	y = 0,7416x - 7,6819	0,9998
8	Styrol	15,173	y = 0,7033x - 7,0938	0,9998

Tabelle 3. RSD, MDL und prozentuale Wiederfindung für Benzol und seine Derivate.

Nr.	Verbindung	% RSD RT (n = 8)	% RSD Fläche (n = 8)		MDL (µg/l)	Durchschnittliche Wiederfindung in % (n = 6) 200 µg/l
			20 µg/l	200 µg/l		
1	Benzol	0,045	1,77	1,74	0,16	101,7
2	Toluol	0,034	1,66	1,71	0,14	100,5
3	Ethylbenzol	0,022	1,69	1,62	0,16	99,9
4	p-Xylol	0,030	2,13	1,92	0,16	99,1
5	m-Xylol	0,026	1,82	1,73	0,17	99,7
6	Cumol	0,025	1,30	1,51	0,16	100,2
7	o-Xylol	0,023	1,80	1,74	0,16	100,7
8	Styrol	0,021	2,32	2,40	0,20	100,3

Gleichung 1.

$$\text{Wiederfindung \%} = \frac{(\text{Konz. versetzte Probe} - \text{Konz. Probe ohne Zusatz})}{\text{Konz. Zusatz}} \times 100$$

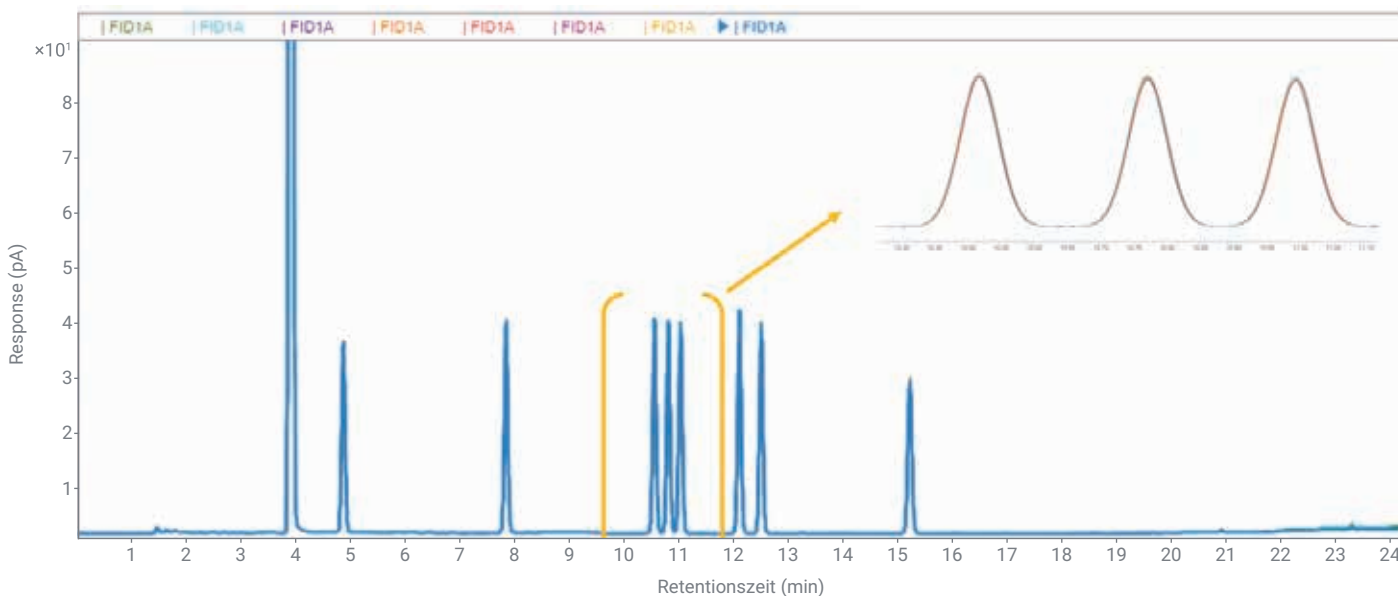


Abbildung 3. Überlagerte GC/FID-Chromatogramme von acht wiederholten Injektionen mit 200 µg/l.

Schlussfolgerungen

Diese Application Note zeigt, dass der 8697 Headspace-Probengeber in Kombination mit einem 8890 GC-System und einem FID eine zuverlässige und wirtschaftliche Lösung für die Analyse von Benzol und seinen Analoga in Wasser darstellt. Der inerte Flussweg vom Headspace zum Detektor führt zu einer zuverlässigen Inertheit, die sich durch eine hervorragende Peakform, Auflösung und erstklassige Wiederholbarkeit auszeichnet.

Referenz

1. HJ 1067-2019. Water Quality—Determination of Benzene and its Analogies—Headspace/Gas Chromatography. China National Environmental Monitoring Station, Chinese Ministry of Ecology and Environment (Ausgabedatum: 24. Dezember 2019).

www.agilent.com/chem

DE44231.567986111

Änderungen vorbehalten.

© Agilent Technologies, Inc. 2021
Gedruckt in den USA, 18. Februar 2021
5994-3074DEE