

Detección de benceno y sus derivados en agua mediante el muestreador de espacio de cabeza Agilent 8697 y el sistema GC Agilent 8890

Autor

Youjuan Zhang
Agilent Technologies, Inc.

Resumen

En esta nota de aplicación se describe el método desarrollado para analizar el benceno y sus derivados mediante el método HJ 1067-2019, una norma industrial china para la protección del medio ambiente. El muestreador de espacio de cabeza Agilent 8697, en combinación con el sistema GC Agilent 8890 con detector de ionización de llama (FID), permite llevar a cabo análisis fiables y rentables del benceno y sus análogos en agua.

Introducción

El método HJ 1067-2019 es una técnica que describe la detección del benceno y sus análogos en agua mediante GC de espacio de cabeza con FID. En el método se detallan la extracción de la muestra, el análisis, la identificación y la cuantificación.

En esta nota de aplicación se demuestra que el muestreador de espacio de cabeza Agilent 8697, cuando se combina con el sistema GC Agilent 8890, ofrece un análisis fiable y preciso del benceno y ciertos derivados de este en agua. El sistema es capaz de alcanzar fácilmente la especificación de rendimiento de los compuestos que se describe en el método HJ 1067-2019. Las curvas de calibración establecidas para los compuestos diana cumplían los requisitos del método y los coeficientes de correlación sobrepasaban con creces el valor de 0,999. Se determinó la desviación estándar relativa (RSD) de cada compuesto. El porcentaje de RSD del área era de entre el 1,3 y el 2,4 % y el porcentaje de DER del tiempo de retención era inferior al 0,045 %. Para todos los compuestos, los MDL eran $\leq 0,2 \mu\text{g/l}$. Se logró una recuperación satisfactoria de aproximadamente entre el 99,1 y el 101,7 %.

Experimento

Productos químicos y reactivos

Todos los reactivos y disolventes eran de calidad HPLC o calidad analítica. Todos los estándares sencillos de compuestos de benceno se adquirieron en ANPEL Laboratory Technologies (Shanghai) Inc.

Soluciones y estándares

Se prepararon las soluciones madre de mezcla de estándar añadiendo cantidades definidas de cada compuesto estándar individual. Se preparó una solución madre de ocho compuestos con una concentración de $1000 \mu\text{g/ml}$ en solución de metanol. Se prepararon soluciones madre intermedias con concentraciones de 10 y $100 \mu\text{g/ml}$ en metanol.

Se analizaron seis viales para espacio de cabeza en cada nivel de calibración mediante el llenado de cada vial con 3 g de cloruro sódico y 10 ml de agua ultrapura. Se marcaron diferentes cantidades de la solución madre y la solución madre intermedia para lograr los niveles necesarios. Los patrones de calibración se prepararon con concentraciones estándar de 10, 20, 50, 200, 500 y $2000 \mu\text{g/l}$. Antes de colocar las muestras en la bandeja del espacio de cabeza, se agitaron los viales hasta que se disolvió por completo el cloruro sódico.

Condiciones del instrumento

La separación se llevó a cabo con el muestreador de espacio de cabeza Agilent 8697 junto con el sistema GC Agilent 8890 con FID. Se utilizó el software Agilent OpenLab CDS 2.5 para la adquisición y el análisis de los datos. En la Tabla 1 se indican las condiciones del instrumento.

Tabla 1. Condiciones del instrumento.

Parámetro	Valor
Muestreador de espacio de cabeza Agilent 8697	
Tamaño del loop	1 ml
Gas de presurización	Nitrógeno
Temperatura del horno	80 °C
Temperatura de loop	80 °C
Temperatura de la línea de transferencia	100 °C
Tiempo de equilibrio del vial	40 min
Duración de la inyección	0,5 min
Tamaño de vial	20 ml
Presión de llenado	15 psi
Modo de llenado del loop	Predeterminado
Agitación del vial	Nivel 8
Sistema GC Agilent 8890	
Inyector	Split/splitless 200 °C, relación de split 10:1 Liner: Recto, desactivado, 2 mm de d. i. (ref. 5181-8818)
Columna	Agilent J&W HP-INNOWax, 30 m x 0,32 mm, 0,5 μm (ref. 19091N-2131)
Gas portador	Nitrógeno, flujo constante de 2 ml/min
Horno	40 °C (5 min), a continuación, 5 °C/min hasta 80 °C (5 min), a continuación, 30 °C/min hasta 200 °C (5 min)
FID	250 °C, hidrógeno: 30 ml/min, aire: 300 ml/min

Resultados y comentarios

En la Figura 1 se muestra un cromatograma típico obtenido mediante el sistema HS/GC/FID con ocho compuestos de benceno con una concentración de 200 µg/l. El sistema muestra una gran resolución y una extraordinaria forma de pico en todos los compuestos. Tal y como se indica en la Figura 1, se llevó a cabo la separación en línea de base de etilbenceno, *p*-xileno y *m*-xileno en una columna HP-INNOWax.

Los resultados de las curvas de calibración de los compuestos de benceno fueron excelentes. La linealidad en el intervalo del estudio aportó valores de coeficientes de calibración (R^2) de 0,9998 o superiores en todos los compuestos. En la Figura 2 se muestra la información sobre la curva de calibración del benceno y el etilbenceno obtenida con el sistema. En la Tabla 2 se enumera el valor de R^2 de cada uno de los compuestos. Se evaluó la reproducibilidad ($n = 8$) en concentraciones de 20 y 200 µg/l. El porcentaje de RSD del área era de entre el 1,3 y el 2,4 % y el porcentaje de DER del tiempo de retención era inferior al 0,045 %, tal y como se muestra en la Tabla 3.

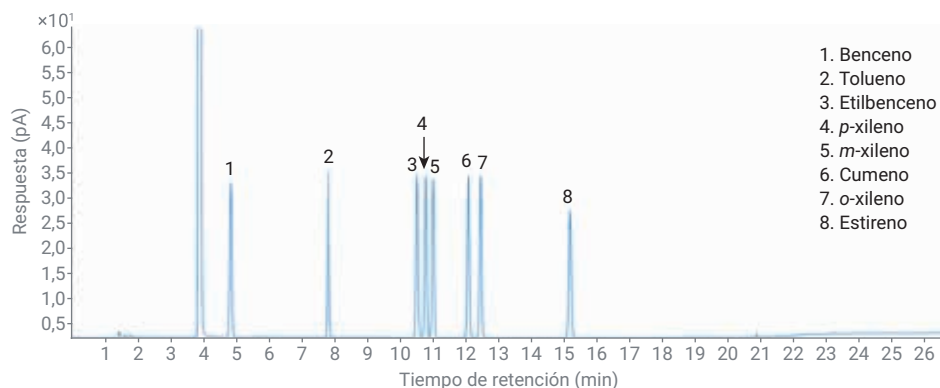


Figura 1. Cromatograma de ocho compuestos diana con una concentración de 200 µg/l.

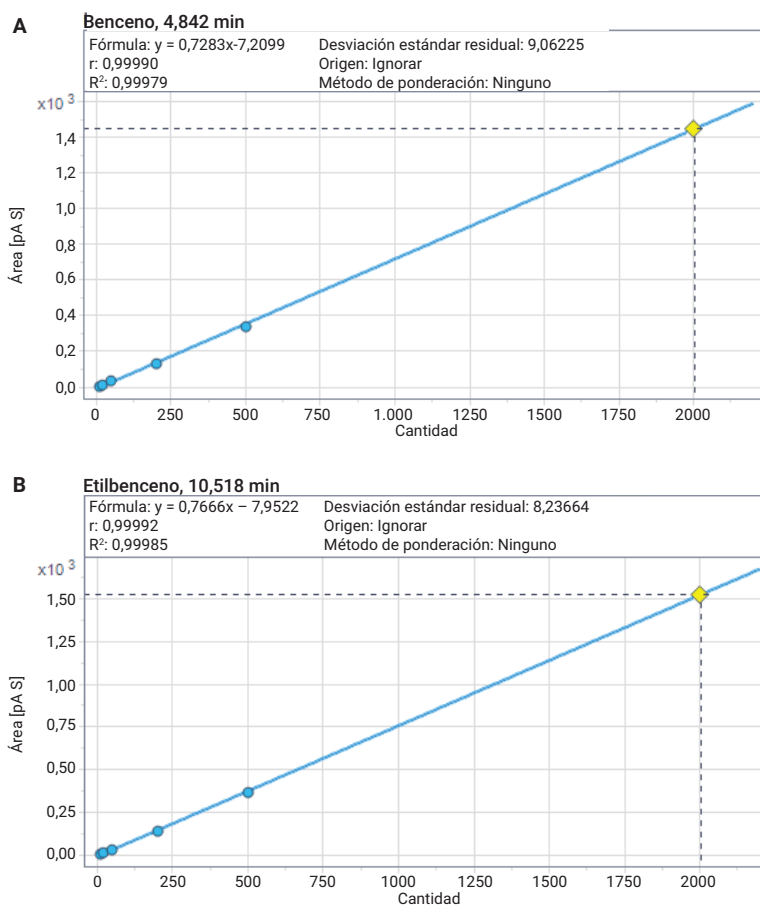


Figura 2. (A) Calibración del benceno de 10 a 2000 µg/l. (B) Calibración del etilbenceno de 10 a 2000 µg/l.

Se utilizó la relación señal-ruido (S/N) para el cálculo del nivel mínimo detectable (MDL). Se utilizó una concentración de la solución estándar de 2 µg/l para analizar el MDL y los valores de todos los compuestos se enumeran en la Tabla 3. En todos los compuestos, los valores del MDL fueron ≤ 0,2 µg/l, cumpliendo las especificaciones del método HJ 1067-2019.

Las recuperaciones del método se midieron mediante el análisis de muestras de agua marcadas y no marcadas. Los estándares que contenían benceno y sus derivados se enriquecieron en agua del grifo a una concentración de 200 µg/l. Se analizaron seis muestras marcadas en paralelo con el mismo método. La recuperación se calculó mediante la Ecuación 1.

Concentración de la muestra enriquecida: es la concentración que se ha calculado de las muestras marcadas a partir de la curva de calibración.

Concentración de la muestra no marcada: es la concentración que se ha calculado de las muestras no marcadas a partir de la curva de calibración.

Concentración añadida: es la concentración de los compuestos de benceno en las muestras marcadas, 200 µg/l.

Los datos de recuperación se enumeran en la Tabla 3 e ilustran que los resultados de recuperación de 200 µg/l oscilaban entre el 99,1 y el 101,7 %.

Tabla 2. Valores de R² del benceno y sus derivados en el patrón de calibración en el rango entre 10 y 2000 µg/l del estudio.

N.º	Nombre	TR	Fórmula	R ²
1	Benceno	4,839	y = 0,7283x - 7,2099	0,9998
2	Tolueno	7,807	y = 0,7677x - 8,5950	0,9998
3	Etilbenceno	10,519	y = 0,7666x - 7,9522	0,9999
4	p-xileno	10,771	y = 0,7541x - 7,7485	0,9999
5	m-xileno	10,994	y = 0,7561x - 7,7873	0,9999
6	Cumeno	12,068	y = 0,7571x - 5,4705	0,9999
7	o-xileno	12,463	y = 0,7416x - 7,6819	0,9998
8	Estireno	15,173	y = 0,7033x - 7,0938	0,9998

Tabla 3. Porcentajes de RSD, MDL y recuperación del benceno y sus derivados.

cat.	Nombre	TR RDS (%) (n=8)	RSD (%) del área (n=8)		MDL (µg/l)	Recuperación media (%) (n=8) 200 µg/l
			20 µg/l	200 µg/l		
1	Benceno	0,045	1,77	1,74	0,16	101,7
2	Tolueno	0,034	1,66	1,71	0,14	100,5
3	Etilbenceno	0,022	1,69	1,62	0,16	99,9
4	p-xileno	0,030	2,13	1,92	0,16	99,1
5	m-xileno	0,026	1,82	1,73	0,17	99,7
6	Cumeno	0,025	1,30	1,51	0,16	100,2
7	o-xileno	0,023	1,80	1,74	0,16	100,7
8	Estireno	0,021	2,32	2,40	0,20	100,3

Ecuación 1.

$$\text{Recuperación (\%)} = \frac{\text{(Concentración de muestra marcada - Concentración de muestra no marcada)}}{\text{Concentración añadida}} \times 100$$

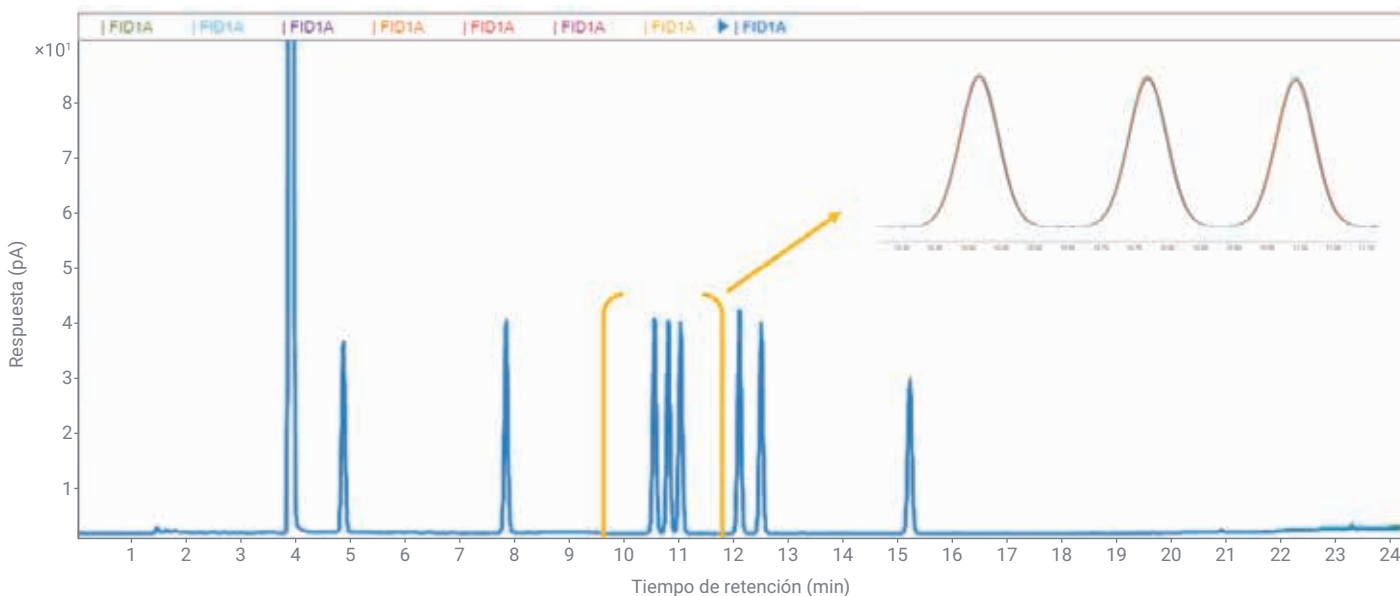


Figura 3. Cromatogramas GC/FID superpuestos de ocho inyecciones repetidas de 200 µg/l.

Conclusión

En esta nota de aplicación se demuestra que el muestreador de espacio de cabeza 8697, configurado con el sistema de GC 8890 y un FID, puede ofrecer una solución fiable y económica para el análisis del benceno y sus análogos en agua. La ruta de flujo inerte desde el espacio de cabeza al detector da lugar a un nivel de carácter inerte fiable que proporciona una forma de pico, una resolución y una reproducibilidad extraordinarias.

Referencia

1. HJ 1067-2019. Water Quality—Determination of Benzene and its Analogies—Headspace/Gas Chromatography. Estación de control medioambiental nacional de China, Ministerio de Ecología y Medio Ambiente de China (fecha de publicación: 24 de diciembre de 2019).

www.agilent.com/chem

DE44231.567986111

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2021
Impreso en EE. UU., 18 de febrero de 2021
5994-3074ES