

# Détermination du benzène et de ses dérivés dans l'eau à l'aide de l'échantillonneur d'espace de tête Agilent 8697 et du GC Agilent 8890

## Auteur

Youjuan Zhang  
Agilent Technologies, Inc.

## Résumé

Cette note d'application décrit une méthode d'analyse du benzène et de ses dérivés suivant la méthode HJ 1067-2019, norme industrielle chinoise pour la protection de l'environnement. Elle démontre que lorsqu'il est couplé à un GC Agilent 8890 avec détection par ionisation de flamme (FID), l'échantillonneur d'espace de tête (headspace, HS) Agilent 8697 permet une analyse fiable et rentable du benzène et de ses analogues dans l'eau.

## Introduction

HJ 1067-2019 est une méthode décrivant la détermination du benzène et de ses analogues dans l'eau par GC-espace de tête avec un FID. Cette méthode détaille l'extraction, l'analyse, l'identification et la quantification des échantillons.

Cette note d'application démontre que, couplé à un GC Agilent 8890, l'échantillonneur d'espace de tête Agilent 8697 permet une analyse exacte et fiable du benzène et de certains de ses dérivés dans l'eau. Ce système peut facilement satisfaire aux spécifications de performances pour les composés indiqués dans la méthode HJ 1067-2019. Les courbes d'étalonnage déterminées pour ces composés cibles étaient conformes aux exigences de la méthode et les coefficients de corrélation étaient bien supérieurs à 0,999. L'écart-type relatif RSD a été déterminé pour chaque composé. Le RSD (%) des aires de pics était compris entre 1,3 et 2,4 %, et le RSD (%) des temps de rétention était inférieur à 0,045 %. Pour tous les composés, la MDL était  $\leq 0,2 \mu\text{g/L}$ . Compris entre 99,1 et 101,7 %, les taux de récupération étaient satisfaisants.

## Données expérimentales

### Produits chimiques et réactifs

Tous les réactifs et solvants étaient de qualité HPLC ou analytique. Tous les étalons individuels des composés benzéniques ont été achetés auprès d'ANPEL Laboratory Technologies (Shanghai) Inc.

### Solutions et étalons

Les solutions mères des mélanges étalons ont été préparées en ajoutant des quantités définies de chaque composé d'étalon individuel. La solution mère de huit composés à une concentration de  $1\,000 \mu\text{g/mL}$  a été préparée dans une solution de méthanol. Les solutions mères intermédiaires à des concentrations comprises entre 10 et  $100 \mu\text{g/mL}$  ont été préparées dans le méthanol.

Six flacons d'espace de tête ont été préparés à chaque niveau d'étalonnage en remplissant chaque flacon avec 3 g de chlorure de sodium et 10 mL d'eau ultrapure, et en le dopant avec différentes quantités de solution mère et de solution mère intermédiaire pour obtenir les niveaux requis. Les mélanges étalons ont été préparés avec des concentrations en étalon de 10, 20, 50, 200, 500 et  $2\,000 \mu\text{g/L}$ . Avant que les échantillons ne soient placés dans le plateau d'espace de tête, les flacons ont été agités jusqu'à ce que le chlorure de sodium soit complètement dissous.

### Paramètres de l'instrument

La séparation a été réalisée à l'aide de l'échantillonneur d'espace de tête Agilent 8697 couplé à un GC/FID Agilent 8890. L'acquisition et le traitement des données ont été effectués avec le logiciel OpenLab CDS Agilent 2.5. Les paramètres de l'instrument figurent dans le tableau 1.

Tableau 1. Paramètres de l'instrument.

Paramètre	Valeur
<b>Échantillonneur d'espace de tête Agilent 8697</b>	
Taille de la boucle	1 mL
Gaz de pressurisation	Azote
Température du four	80 °C
Température de la boucle	80 °C
Température de la ligne de transfert	100 °C
Temps de stabilisation des flacons	40 min
Durée d'injection	0,5 min
Taille de flacon	20 mL
Pression de remplissage	15 psi
Mode de remplissage de la boucle	Mode par défaut
Agitation des flacons	Niveau 8
<b>GC Agilent 8890</b>	
Injecteur	Split/splitless 200 °C, rapport de division 10:1 Insert : droit, désactivé, 2 mm de d.i (réf. 5181-8818)
Colonne	HP-INNOWax Agilent J&W, 30 m $\times$ 0,32 mm, 0,5 $\mu\text{m}$ (réf 19091N-2131)
Gaz vecteur	Azote, 2 mL/min, débit constant
Four	40 °C (5 min), puis 5 °C/min jusqu'à 80 °C (5 min), puis 30 °C/min jusqu'à 200 °C (5 min)
FID	250 °C, hydrogène : 30 mL/min ; air : 300 mL/min

## Résultats et discussion

La figure 1 présente un chromatogramme typique acquis sur le HS/GC/FID pour les huit composés benzéniques à une concentration de 200 µg/L. Ce système offre une très bonne résolution et forme de pic pour tous les composés. Comme illustré dans la figure 1, l'éthylbenzène, le *p*-xylène et le *m*-xylène étaient séparés à ligne de base sur une colonne HP-INNOWax.

Les courbes d'étalonnage des composés benzéniques se sont avérées excellentes. La linéarité sur l'ensemble de la gamme étudiée a donné des valeurs de coefficients d'étalonnage ( $R^2$ ) supérieures à 0,9998 pour tous les composés. La figure 2 présente les informations de courbes d'étalonnage du benzène et de l'éthylbenzène obtenues sur ce système. Le tableau 2 indique la valeur de  $R^2$  pour chacun des composés. La reproductibilité ( $n = 8$ ) a été évaluée à des concentrations de 20 et 200 µg/L. Le RSD (%) des aires de pics était compris entre 1,3 et 2,4 %, et le RSD (%) des temps de rétention était inférieur à 0,045 %, comme indiqué dans le tableau 3.

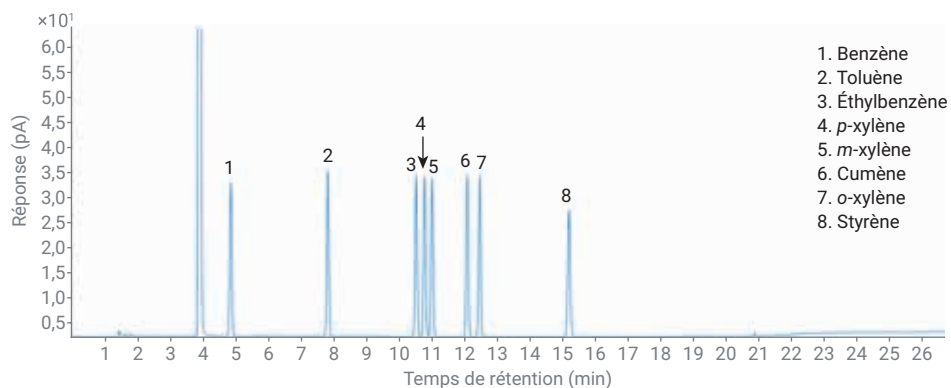


Figure 1. Chromatogramme des huit composés cibles à une concentration de 200 µg/L.

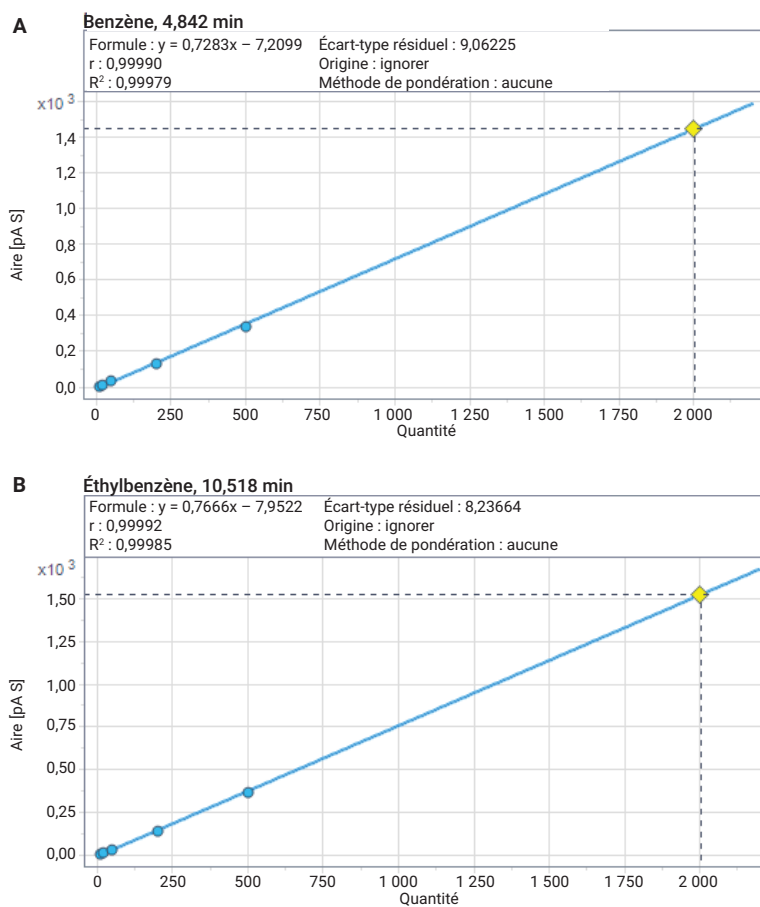


Figure 2. (A) Étalonage du benzène de 10 à 2 000 µg/L. (B) Étalonage de l'éthylbenzène de 10 à 2 000 µg/L.

Le rapport signal sur bruit (S/B) a été utilisé pour le calcul de la limite de détection de la méthode (MDL). Une solution d'étalons à une concentration de 2 µg/L a été utilisée pour évaluer la MDL. Les valeurs pour tous les composés sont indiquées dans le tableau 3. Pour tous les composés, la MDL était ≤ 0,2 µg/L, satisfaisant aux spécifications de la méthode HJ 1067-2019.

Les taux de récupération de la méthode ont été mesurés en analysant des échantillons d'eau dopés et non dopés. De l'eau du robinet a été dopée à une concentration de 200 µg/L avec des étalons contenant du benzène et ses dérivés. Six échantillons dopés en parallèle ont été analysés en suivant la même méthode. Le taux de récupération a été calculé suivant l'équation 1.

**Conc. de l'échantillon dopé :** concentration calculée des échantillons dopés d'après la courbe d'étalonnage.

**Conc. de l'échantillon non dopé :** concentration calculée des échantillons non dopés d'après la courbe d'étalonnage.

**Conc. ajoutée :** concentration des composés benzéniques dans les échantillons dopés, soit 200 µg/L.

Les taux de récupération sont indiqués dans le tableau 3, illustrant le fait que les taux de récupération à la concentration de 200 µg/L étaient compris entre 99,1 et 101,7 %.

**Tableau 2.** Valeurs de R<sup>2</sup> pour le benzène et ses dérivés dans le mélange étalon sur la gamme de 10 à 2 000 µg/L utilisée dans cette étude.

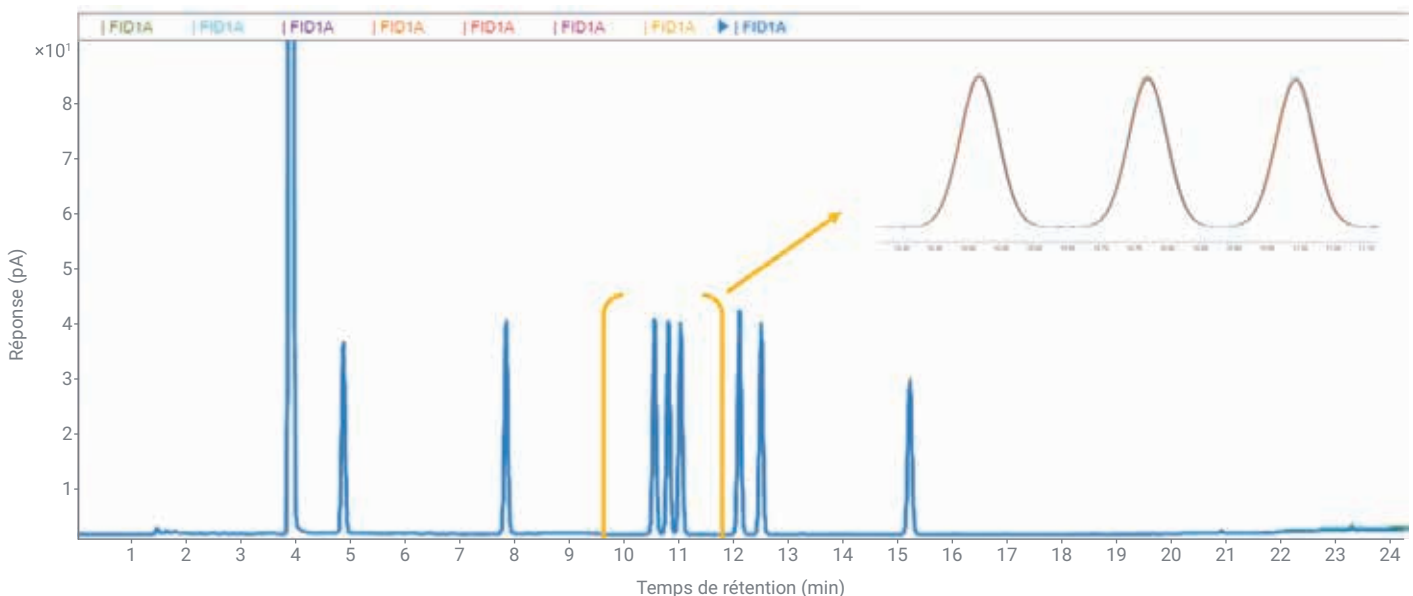
N°	Nom	TR	Formule	R <sup>2</sup>
1	Benzène	4,839	y = 0,7283x - 7,2099	0,9998
2	Toluène	7,807	y = 0,7677x - 8,5950	0,9998
3	Éthylbenzène	10,519	y = 0,7666x - 7,9522	0,9999
4	p-xylène	10,771	y = 0,7541x - 7,7485	0,9999
5	m-xylène	10,994	y = 0,7561x - 7,7873	0,9999
6	Cumène	12,068	y = 0,7571x - 5,4705	0,9999
7	o-xylène	12,463	y = 0,7416x - 7,6819	0,9998
8	Styrène	15,173	y = 0,7033x - 7,0938	0,9998

**Tableau 3.** RSD, MDL et taux de récupération du benzène et de ses dérivés.

N°	Nom	RSD (%) du TR (n = 8)	RSD (%) de l'aire (n = 8)		MDL (µg/L)	Taux de récupération moyen (%) (n = 6) 200 µg/L
			20 µg/L	200 µg/L		
1	Benzène	0,045	1,77	1,74	0,16	101,7
2	Toluène	0,034	1,66	1,71	0,14	100,5
3	Éthylbenzène	0,022	1,69	1,62	0,16	99,9
4	p-xylène	0,030	2,13	1,92	0,16	99,1
5	m-xylène	0,026	1,82	1,73	0,17	99,7
6	Cumène	0,025	1,30	1,51	0,16	100,2
7	o-xylène	0,023	1,80	1,74	0,16	100,7
8	Styrène	0,021	2,32	2,40	0,20	100,3

**Équation 1.**

$$\text{Taux de récupération (\%)} = \frac{(\text{Conc. de l'échantillon dopé} - \text{conc. de l'échantillon non dopé})}{\text{Conc. ajoutée}} \times 100$$



**Figure 3.** Superposition des chromatogrammes GC/FID de huit injections répétées à 200 µg/L.

## Conclusion

Cette note d'application démontre que l'échantillonneur d'espace de tête 8697 associé avec un GC 8890 et un FID peut constituer une solution fiable et économique pour l'analyse du benzène et de ses analogues dans l'eau. Le circuit analytique, inerte de l'espace de tête au détecteur, fournit un niveau d'inertie fiable qui offre une très bonne reproductibilité ainsi qu'une excellente forme de pic et résolution.

## Référence

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 (date of issue: 24 December 2019).

[www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)

DE44231.567986111

Ces informations peuvent être modifiées sans préavis.

© Agilent Technologies, Inc. 2021  
Imprimé aux États-Unis, le 18 février 2021  
5994-3074FR