

Determinazione del benzene e dei suoi derivati in acqua con il campionatore per spazio di testa Agilent 8697 e il GC 8890

Autore

Youjuan Zhang
Agilent Technologies, Inc.

Abstract

Questa nota applicativa descrive un metodo per l'analisi del benzene e dei suoi derivati con il metodo HJ 1067-2019, uno standard dell'industria cinese per la protezione ambientale. Il campionatore per spazio di testa Agilent 8697, accoppiato a un GC Agilent 8890 con rivelatore a ionizzazione di fiamma (FID), permette di analizzare in modo affidabile e conveniente il benzene e i suoi analoghi in acqua.

Introduzione

HJ 1067-2019 è un metodo che descrive la determinazione del benzene e dei suoi analoghi in acqua mediante GC in spazio di testa con FID. In questo metodo sono descritte dettagliatamente l'estrazione, l'analisi, l'identificazione e la quantificazione del campione.

Questa nota applicativa dimostra come il campionatore per spazio di testa Agilent 8697, accoppiato al GC Agilent 8890, permetta un'analisi accurata e affidabile del benzene e di alcuni suoi derivati in acqua. Il sistema può facilmente raggiungere le specifiche delle prestazioni per i composti descritte nel metodo HJ 1067-2019. Le curve di calibrazione determinate per questi composti target sono risultate rientrare nei requisiti del metodo e i coefficienti di correlazione erano ben al di sopra di 0,999. Per ogni composto è stata determinata la deviazione standard relativa (RSD). La RSD% dell'area è risultata compresa tra 1,3 e 2,4% e la RSD% del tempo di ritenzione è risultata inferiore a 0,045%. Per tutti i composti, gli MDL erano $\leq 0,2 \mu\text{g/L}$. Sono stati ottenuti recuperi soddisfacenti pari a circa 99,1-101,7%.

Condizioni sperimentali

Prodotti chimici e reagenti

Tutti i reagenti e i solventi erano di grado HPLC o analitico. Tutti i singoli standard dei composti del benzene sono stati acquistati da ANPEL Laboratory Technologies (Shanghai) Inc.

Soluzioni e standard

Preparare le soluzioni stock standard miscelate aggiungendo le quantità definite di ciascun singolo composto standard. La soluzione stock di otto composti alla concentrazione di $1.000 \mu\text{g/mL}$ è stata preparata in soluzione di metanolo. Le soluzioni stock intermedie alle concentrazioni di 10 e $100 \mu\text{g/mL}$ sono state preparate in metanolo.

Sono stati preparati sei vial per spazio di testa per ogni livello di calibrazione riempiendo ciascun vial con 3 g di cloruro di sodio e 10 mL di acqua ultra pura e aggiungendo diverse quantità di soluzione stock e di soluzione stock intermedia per ottenere i livelli richiesti. Gli standard di calibrazione sono stati preparati alle concentrazioni standard di 10, 20, 50, 200, 500 e $2.000 \mu\text{g/L}$. Prima di collocare i campioni nel vassoio per spazio di testa, i vial sono stati agitati fino a completa dissoluzione del cloruro di sodio.

Condizioni strumentali

La separazione è stata effettuata usando il campionatore per spazio di testa Agilent 8697, accoppiato a un GC Agilent 8890 con FID. Per l'acquisizione e l'analisi dei dati è stato usato il software Agilent OpenLab CDS 2.5. Le condizioni strumentali sono riportate nella Tabella 1.

Tabella 1. Condizioni strumentali.

Parametro	Valore
Campionatore per spazio di testa Agilent 8697	
Dimensione del loop	1 mL
Gas di pressurizzazione	Azoto
Temperatura del forno	80 °C
Temperatura del loop	80 °C
Temperatura della transfer line	100 °C
Tempo di equilibratura dei vial	40 min
Durata dell'iniezione	0,5 min
Dimensioni dei vial	20 mL
Pressione di riempimento	15 psi
Modalità di riempimento del loop	Predefinita
Agitazione dei vial	Livello 8
GC Agilent 8890	
Iniettore	Split/splitless 200 °C, rapporto di splittaggio 10:1 Liner: diritto, deattivato, DI 2 mm (codice 5181-8818)
Colonna	Agilent J&W HP-INNOWax, 30 m x 0,32 mm, 0,5 μm (codice 19091N-2131)
Gas di trasporto	Azoto, 2 mL/min, flusso costante
Forno	40 °C (5 min), poi 5 °C/min fino a 80 °C (5 min), poi 30 °C/min fino a 200 °C (5 min)
FID	250 °C, idrogeno: 30 mL/min, aria: 300 mL/min

Risultati e discussione

La Figura 1 mostra un cromatogramma tipico acquisito dal sistema HS/GC/FID con gli otto composti del benzene alla concentrazione di 200 µg/L. Il sistema mostra una risoluzione e una forma dei picchi ottimali per tutti i composti. Come mostrato nella Figura 1, etilbenzene, *p*-xilene e *m*-xilene sono stati separati alla linea di base su una colonna HP-INNOWax.

Le curve di calibrazione per i composti del benzene hanno mostrati risultati eccellenti. La linearità nell'intervallo studiato ha dato valori del coefficiente di calibrazione (R^2) pari o superiori a 0,9998 per tutti i composti. La Figura 2 mostra le informazioni sulla curva di calibrazione del benzene e dell'etilbenzene ottenute su questo sistema. Nella Tabella 2 sono elencati i valori di R^2 per ciascuno dei composti. La ripetibilità ($n = 8$) è stata testata alle concentrazioni di 20 e 200 µg/L. La RSD% dell'area è risultata compresa tra 1,3 e 2,4% e la RSD% del tempo di ritenzione è risultata inferiore a 0,045%, come mostrato nella Tabella 3.

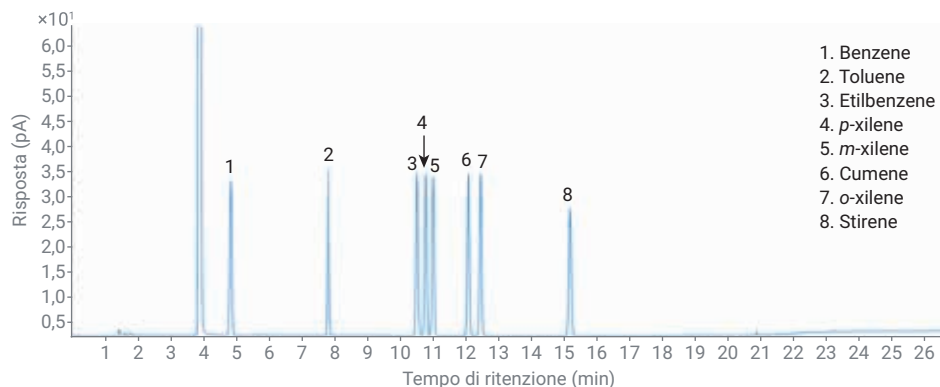


Figura 1. Cromatogramma degli otto composti target alla concentrazione di 200 µg/L.

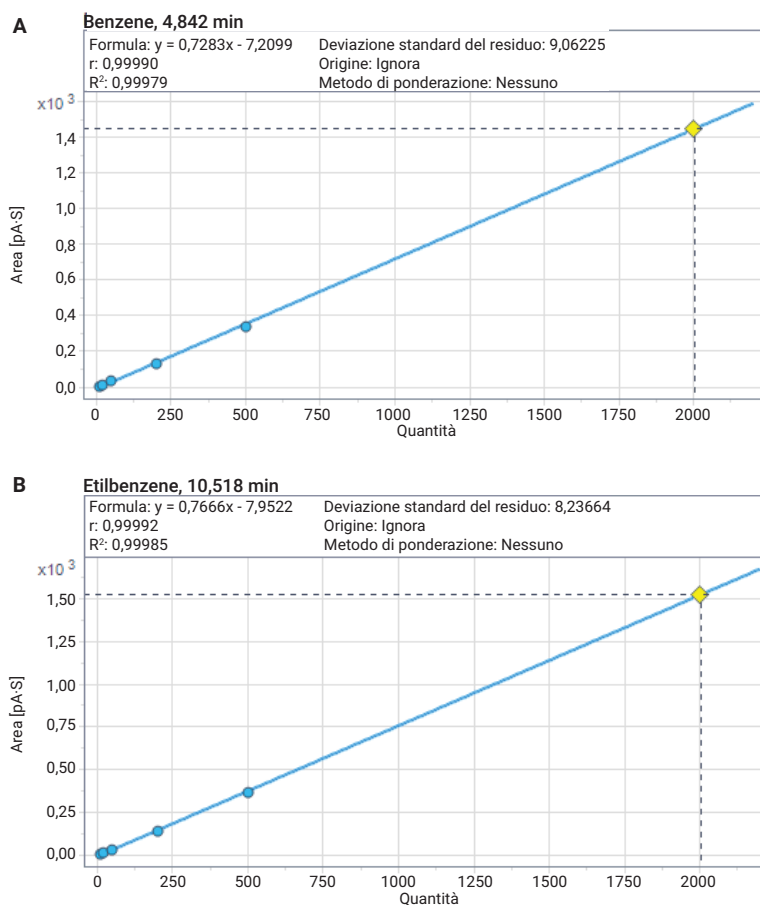


Figura 2. (A) Calibrazione del benzene da 10 a 2.000 µg/L. (B) Calibrazione dell'etilbenzene da 10 a 2.000 µg/L.

Il rapporto segnale/rumore (S/N) è stato usato per il calcolo del limite di rivelabilità del metodo (MDL). Per testare l'MDL è stata utilizzata una concentrazione della soluzione standard di 2 µg/L e i valori di tutti i composti sono elencati nella Tabella 3. Per tutti i composti, gli MDL erano ≤0,2 µg/L, il che soddisfa le specifiche del metodo HJ 1067-2019.

I recuperi del metodo sono stati misurati analizzando campioni di acqua arricchiti e non arricchiti. Gli standard contenenti benzene e i suoi derivati sono stati aggiunti all'acqua di rubinetto alla concentrazione di 200 µg/L. Sei campioni arricchiti paralleli sono stati analizzati con lo stesso metodo. Il recupero è stato calcolato mediante l'Equazione 1.

Conc. del campione arricchito: la concentrazione calcolata dei campioni arricchiti basata sulla curva di calibrazione.

Conc. del campione non arricchito: la concentrazione calcolata dei campioni non arricchiti basata sulla curva di calibrazione.

Conc. aggiunta: la concentrazione dei composti del benzene nei campioni arricchiti, 200 µg/L.

I dati del recupero sono elencati nella Tabella 3, che mostra come i risultati del recupero di 200 µg/L fossero compresi tra 99,1 e 101,7%.

Tabella 2. Valori R² per il benzene e i suoi derivati nello standard di calibrazione nell'intervallo 10-2.000 µg/L di questo studio.

N.	Nome	RT	Formula	R ²
1	Benzene	4,839	y = 0,7283x - 7,2099	0,9998
2	Toluene	7,807	y = 0,7677x - 8,5950	0,9998
3	Etilbenzene	10,519	y = 0,7666x - 7,9522	0,9999
4	p-xilene	10,771	y = 0,7541x - 7,7485	0,9999
5	m-xilene	10,994	y = 0,7561x - 7,7873	0,9999
6	Cumene	12,068	y = 0,7571x - 5,4705	0,9999
7	o-xilene	12,463	y = 0,7416x - 7,6819	0,9998
8	Stirene	15,173	y = 0,7033x - 7,0938	0,9998

Tabella 3. RSD, MDL e percentuali di recupero per il benzene e i suoi derivati.

N.	Nome	RSD% RT (n = 8)	RSD% area (n = 8)		MDL (µg/L)	Recupero medio % (n = 6) 200 µg/L
			20 µg/L	200 µg/L		
1	Benzene	0,045	1,77	1,74	0,16	101,7
2	Toluene	0,034	1,66	1,71	0,14	100,5
3	Etilbenzene	0,022	1,69	1,62	0,16	99,9
4	p-xilene	0,030	2,13	1,92	0,16	99,1
5	m-xilene	0,026	1,82	1,73	0,17	99,7
6	Cumene	0,025	1,30	1,51	0,16	100,2
7	o-xilene	0,023	1,80	1,74	0,16	100,7
8	Stirene	0,021	2,32	2,40	0,20	100,3

Equazione 1.

$$\text{Recupero \%} = \frac{(\text{Conc. di campione arricchito} - \text{Conc. di campione non arricchito})}{\text{Conc. aggiunta}} \times 100$$

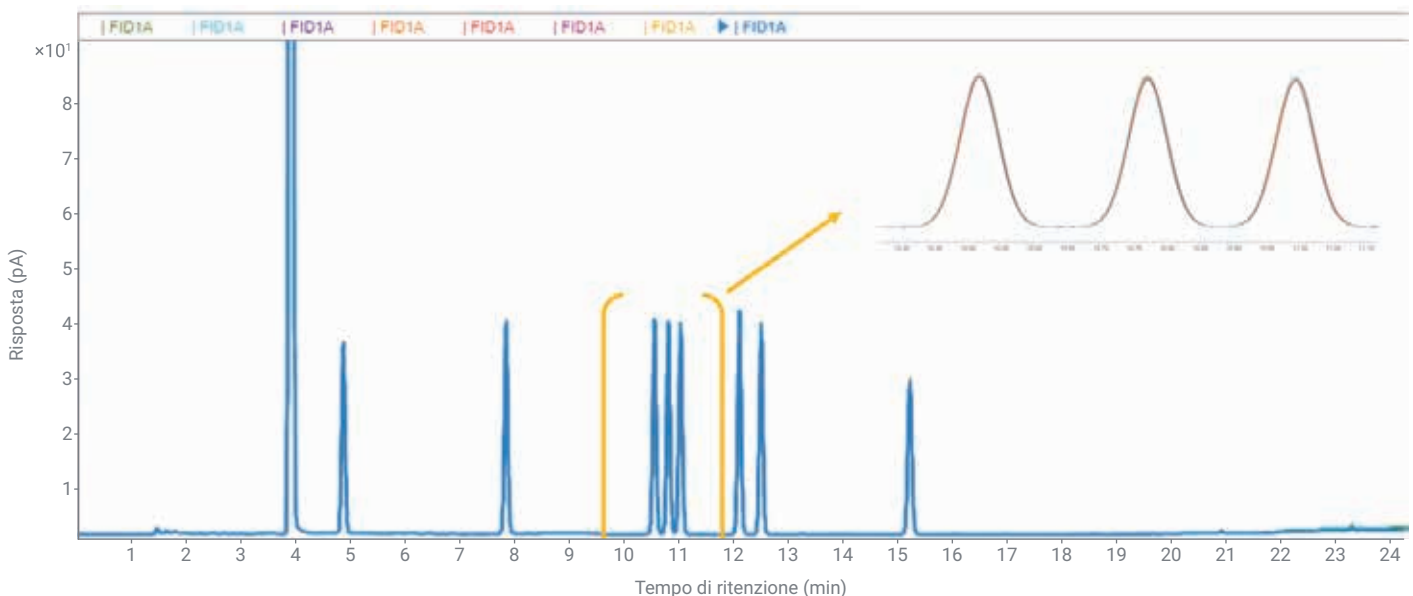


Figura 3. Cromatogrammi GC/FID sovrapposti di otto iniezioni ripetute di 200 µg/L.

Conclusione

Questa nota applicativa dimostra come il campionatore per spazio di testa 8697 configurato con un GC 8890 e un FID possa rappresentare una soluzione affidabile ed economica per l'analisi del benzene e dei suoi analoghi in acqua. Il percorso del flusso inerte dallo spazio di testa al rivelatore determina un livello di inerzia affidabile che fornisce forma dei picchi, risoluzione e ripetibilità eccellenti.

Bibliografia

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 (data di pubblicazione: 24 dicembre 2019).

www.agilent.com/chem

DE44231.567986111

Le informazioni fornite possono variare senza preavviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2021
Stampato negli Stati Uniti, il 18 febbraio 2021
5994-3074ITE