

Análisis de agua potable con el muestreador de espacio de cabeza 7697A y GC Agilent 8860

Autores

Ian Eisele
Agilent Technologies, Inc.
Wilmington, DE, EE. UU.

Youjuan Zhang
Agilent Technologies
(Shanghái) Co. Ltd.
Shanghái, P. R. China

Resumen

La flexibilidad del sistema GC Agilent 8860 queda demostrada por un análisis que requiere varios tipos de detección e introducción de muestras. Los hidrocarburos volátiles halogenados y aromáticos en el agua se muestrean con un espacio de cabeza para su detección por FID y ECD, y los pesticidas organofosforados se detectan por FPD. Se puede configurar un único GC 8860 a fin de ejecutar ambos análisis.

Introducción

Los hidrocarburos volátiles halogenados y aromáticos pueden penetrar en la capa freática por medio de diversas fuentes. El benceno, por ejemplo, puede filtrarse a las aguas subterráneas desde los centros de producción y almacenamiento de petróleo. El muestreo de espacio de cabeza es idóneo para la detección de dichos contaminantes en el agua, ya que requiere una preparación mínima de la muestra.

Los pesticidas organofosforados son los más utilizados debido a su alta eficacia y a su corto período residual. Sin embargo, se ha prestado cada vez más atención a la contaminación del agua con pesticidas organofosforados. La detección de pesticidas organofosforados es una etapa importante en la detección de la calidad del agua. Debido a la alta eficiencia, precisión y sensibilidad del análisis por GC, se utiliza con frecuencia en el análisis de residuos de pesticidas organofosforados.

Experimento

Instrumentos

El análisis de hidrocarburos volátiles halogenados y aromáticos se llevó a cabo con un muestreador de espacio de cabeza Agilent 7697A, lo cual permitió el análisis directo de muestras de agua (Figura 1). La línea de transferencia de espacio de cabeza se instaló en un inyector split/splitless en el sistema GC Agilent 8860. Se utilizó un divisor de tecnología de flujo capilar (CFT) sin purgar para dividir la muestra en dos columnas. La columna 1, una Agilent J&W DB-624 Ultrinerter, se conectó a un detector de ionización de llama (FID) para la detección de hidrocarburos aromáticos. La columna 2, una Agilent HP-5ms Ultrinerter, se conectó a un detector de captura de electrones (ECD) para la detección de hidrocarburos halogenados. En la Tabla 1 se muestran las condiciones del instrumento.

El análisis de pesticidas organofosforados se llevó a cabo con un GC 8860 equipado con una columna Agilent J&W DB-1701 y un detector fotométrico de llama (FPD). La introducción de muestras se realizó mediante un inyector automático de líquidos Agilent Serie 7693A de 50 viales, mediante una jeringa de 5 μ l y un puerto de inyección split/splitless. En la Tabla 2 se muestran las condiciones del instrumento.

Productos químicos y patrones

Se prepararon patrones para tres hidrocarburos halogenados y cinco aromáticos a partir de alícuotas de disolventes limpios (>99,99 % de pureza, Sigma-Aldrich) en un 99,9 % de metanol. Se prepararon seis niveles de calibración en viales de espacio de cabeza mediante la adición del patrón madre a 5 ml de agua. Las concentraciones finales fueron aproximadamente de 250, 1000, 1500, 2000, 5000 y 10.000 μ g/l para los hidrocarburos aromáticos y de 20, 50, 100, 200, 500 y 1000 μ g/l para los hidrocarburos halogenados.

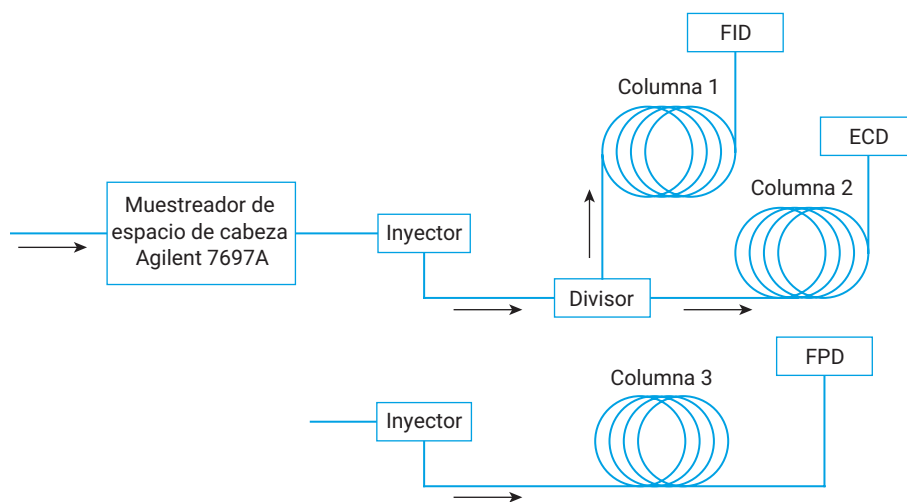


Figura 1. Diagrama de configuración para el sistema GC Agilent 8860 con un muestreador de espacio de cabeza Agilent 7697A.

Tabla 1. Condiciones de método para hidrocarburos volátiles halogenados y aromáticos.

Espacio de cabeza							
Horno	70 °C						
Loop	70 °C						
Línea de transferencia	100 °C						
Equilibrado del vial	40,00 minutos						
Duración de la inyección	0,50 minutos						
Agitación del vial	Nivel 1						
Modo de llenado del vial	Predeterminado						
Presión de llenado del vial	15 psi						
Modo de llenado del loop	Predeterminado						
Inyector (SSL)							
Modo	Split						
Calentador	Encendido, 250 °C						
Presión	10,795 psi						
Gas portador	Nitrógeno						
Relación de split	50:1						
Flujo de split	50 ml/min						
Purga del séptum	3 ml/min						
Liner	Split, recto, 2 mm de d.i. (ref. 5190-6168)						
Columnas							
Columna 1	Agilent DB-624 UI (ref. 122-1334UI)						
Dimensiones	30 m × 250 µm, 1,40 µm						
Columna 2	Agilent HP-5ms UI (ref. 19091S-433UI)						
Dimensiones	30 m × 250 µm, 0,25 µm						
Flujo	Flujo constante de 1 ml/min						
Pre-columna de retención	0,2 m × 250 µm						
Dispositivo de CFT	Unión en T de 2 vías, ref. G3184-60065						
Horno							
Inicial	40 °C durante 2 minutos						
	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Velocidad (°C/min)</th> <th>Valor (°C)</th> <th>Tiempo de permanencia (min)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>6</td> <td>120</td> <td>4</td> </tr> </tbody> </table>	Velocidad (°C/min)	Valor (°C)	Tiempo de permanencia (min)	6	120	4
Velocidad (°C/min)	Valor (°C)	Tiempo de permanencia (min)					
6	120	4					
Columna 1 Detector (FID)							
Calentador	250 °C						
Aire	400 ml/min						
H ₂	30 ml/min						
Auxiliar	N ₂ a 25 ml/min						
Columna 2 Detector (ECD)							
Calentador	300 °C						
Auxiliar	N ₂ a 60 ml/min						

Tabla 2. Condiciones del método de los pesticidas organofosforados.

Inyector (SSL)																
Modo	Splitless															
Calentador	Encendido, 230 °C															
Presión	13,5															
Gas portador	Nitrógeno															
Tiempo de purga	0,75 minutos															
Flujo de purga	60 ml/min															
Purga del séptum	Desactivado															
Liner	Splitless (ref. 5190-2293)															
Volumen de inyección	1 µl															
Columnas																
Columna 3	Agilent DB-1701 (ref. 122-0732)															
Dimensiones	30 m × 250 µm, 0,25 µm															
Flujo	Flujo constante de 1 ml/min															
Horno																
Inicial	100 °C durante 0 minutos															
	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Velocidad (°C/min)</th> <th>Valor (°C)</th> <th>Tiempo de permanencia (min)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>25</td> <td>170</td> <td>0</td> </tr> <tr> <td>15</td> <td>210</td> <td>1</td> </tr> <tr> <td>10</td> <td>220</td> <td>0</td> </tr> <tr> <td>15</td> <td>240</td> <td>5</td> </tr> </tbody> </table>	Velocidad (°C/min)	Valor (°C)	Tiempo de permanencia (min)	25	170	0	15	210	1	10	220	0	15	240	5
Velocidad (°C/min)	Valor (°C)	Tiempo de permanencia (min)														
25	170	0														
15	210	1														
10	220	0														
15	240	5														
Columna 1 Detector (FPD+)																
Línea de transferencia	270 °C															
Bloque de emisión	150 °C															
Aire	60 ml/min															
H ₂	60 ml/min															
Auxiliar	N ₂ a 60 ml/min															

Se adquirieron los patrones para seis pesticidas organofosforados a ANPEL Scientific Instrument Co. Ltd. (Shanghái, China). La concentración de cada componente fue de 100 µg/ml. Se preparó una solución madre de los seis compuestos en cloruro de metileno para una concentración final de 1000 µg/l. Se prepararon seis viales en cada nivel de calibración, mediante la adición de cantidades variables de solución madre para alcanzar los niveles requeridos. Los patrones de calibración se prepararon a concentraciones estándar de 20, 50, 100, 200, 500 y 1000 µg/l.

Resultados y comentarios

Hidrocarburos volátiles halogenados y aromáticos

Los hidrocarburos volátiles halogenados y aromáticos estaban bien separados en sus respectivos canales (Figura 2). En esta configuración se logró una excelente reproducibilidad del área y del tiempo de retención. El %RSD para todos los compuestos fue inferior al 2,46 % con un %RSD del tiempo de retención inferior al 0,017 % para 10 muestras de agua enriquecidas (Tabla 3). Los coeficientes de correlación (R^2) para cada componente fueron superiores a 0,9994.

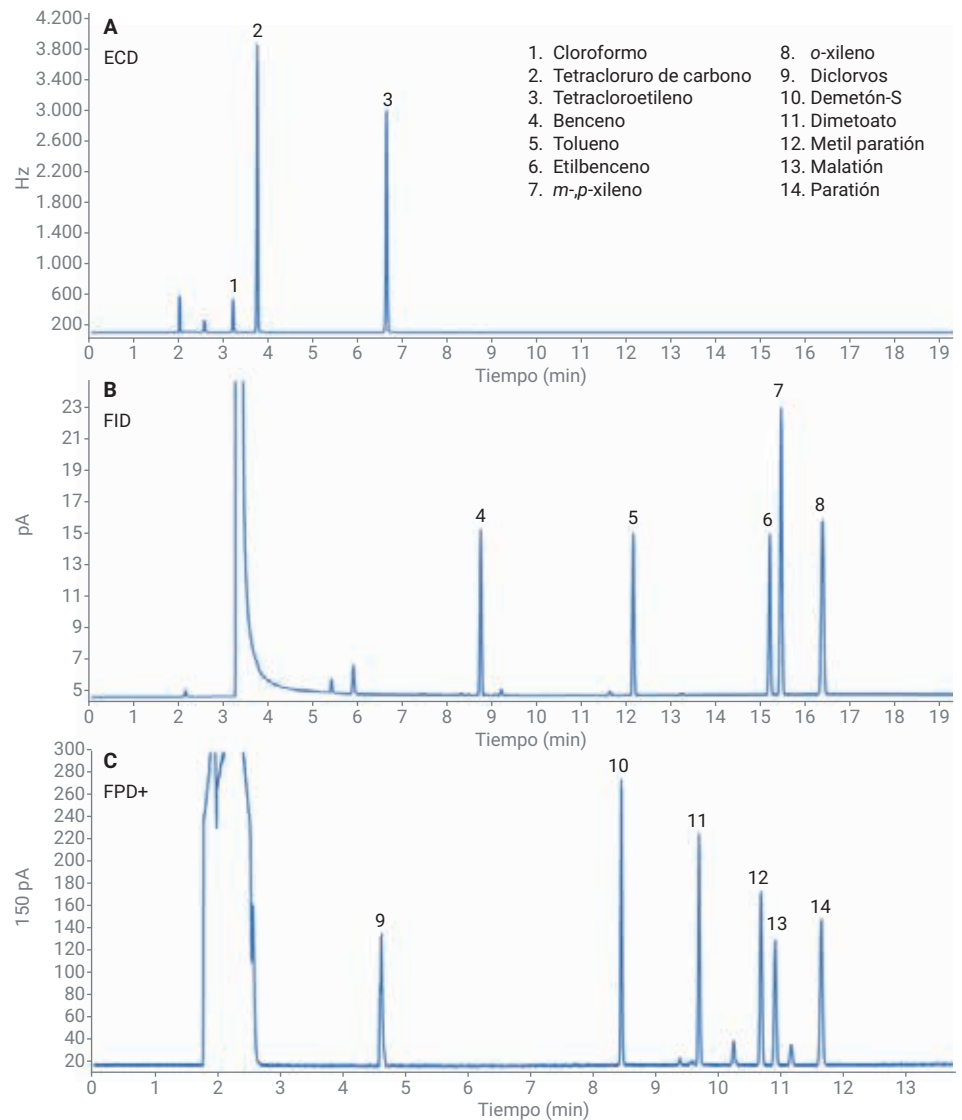


Figura 2. Cromatogramas ECD (A) y FID (B) de hidrocarburos volátiles halogenados y aromáticos enriquecidos en agua. (C) Cromatograma FPD+ del estándar del pesticida organofosforado.

Pesticidas organofosforados

En la Figura 2 se muestra un cromatograma de ejemplo de los seis pesticidas organofosforados en una concentración de 100 µg/l. El sistema GC 8860 presenta una buena forma de pico y separación para estos compuestos, lo que indica una ruta de flujo altamente inerte desde el inyector hasta el detector. La Tabla 4 muestra que los coeficientes de correlación para todos estos compuestos fueron superiores a 0,9995. Se probó la reproducibilidad con seis inyecciones de la mezcla estándar a 100 µg/l. La Tabla 4 muestra que el tiempo de retención y la reproducibilidad del área son bastante buenos. Para todos los compuestos, el %RSD del tiempo de retención está por debajo del 0,019 % y el %RSD del área está muy por debajo del 1,83 %.

Conclusión

La flexibilidad del sistema GC Agilent 8860 permite configurar múltiples técnicas de muestreo y tres detectores diferentes en un solo sistema. El sistema dio excelentes resultados en varias clases de analitos. La inclusión de un muestreador de espacio de cabeza Agilent 7697A hace de este sistema una herramienta versátil para el análisis de agua potable.

Tabla 3. Reproducibilidad y rendimiento de calibración de hidrocarburos volátiles halogenados y aromáticos.

Compuesto	RSD (%) del área (n=10)	RSD% del tiempo de retención (n=10)	R ² de calibración
Cloroformo	1,54	0,017	0,9999
Tetracloruro de carbono	2,46	0,014	0,9995
Tetracloroetileno	2,15	0,010	0,9998
Benceno	1,85	0,008	0,9997
Tolueno	1,88	0,006	0,9996
Etilbenceno	1,79	0,008	0,9995
m-,p-xileno	1,75	0,007	0,9995
o-xileno	1,46	0,009	0,9994

Tabla 4. Reproducibilidad y rendimiento de calibración de pesticidas organofosforados.

Compuesto	RSD (%) del área (n=6)	RSD% del tiempo de retención (n=6)	R ² de calibración
Diclorvos	1,36	0,017	0,9999
Demeton-S	1,44	0,004	0,9998
Dimetoato	1,56	0,009	0,9997
Metil paratión	1,48	0,015	0,9996
Malatión	1,34	0,013	0,9999

Referencias

1. Wang, C. X.; Zhang, J. Q.; Na, S. Analysis of Volatile Halogenated and Aromatic Hydrocarbons and Organophosphorus Pesticides in Water with a Versatile Agilent 7890B Gas Chromatography System and an Agilent 7697A Headspace Sampler, *Nota de aplicación de Agilent Technologies*, número de publicación 5991-2787EN.
2. Oficina de Protección del Medio Ambiente de la República Popular China, Métodos de vigilancia del agua y de las aguas residuales (Cuarta edición).

www.agilent.com/chem

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
Impreso en EE.UU., 15 de octubre de 2019
5994-1239ES