

Analyse de l'eau potable avec un GC Agilent 8860 équipé d'un échantillonneur d'espace de tête Agilent 7697A

Auteurs

Ian Eisele
Agilent Technologies, Inc.
Wilmington, DE, USA

Youjuan Zhang
Agilent Technologies
(Shanghai) Co. Ltd.
Shanghai, R.P. de Chine

Résumé

La flexibilité du GC Agilent 8860 est démontrée dans une analyse requérant plusieurs types de détection et d'introduction d'échantillon. Les hydrocarbures aromatiques et halogénés volatils dans l'eau sont échantillonnés par espace de tête (headspace) pour la détection par FID et ECD, tandis que les pesticides organophosphorés sont détectés par FPD. Un simple GC 8860 peut être configuré pour effectuer les deux analyses.

Introduction

Les hydrocarbures aromatiques et halogénés volatils peuvent pénétrer dans la nappe phréatique par le biais de diverses sources. Le benzène, par exemple, peut s'infiltrer dans les eaux souterraines à partir des sites de production et de stockage du pétrole. L'échantillonnage d'espace de tête est parfaitement adapté à la détection de ces polluants dans l'eau, car il nécessite une préparation minimale des échantillons.

Les pesticides organophosphorés sont les pesticides les plus largement utilisés en raison de leur haute efficacité et de leur courte période résiduelle. Toutefois, la pollution de l'eau par les pesticides organophosphorés fait l'objet d'une attention croissante. La détection de ces pesticides est un élément important de la détermination de la qualité de l'eau. En raison de la grande efficacité, précision et sensibilité de l'analyse par GC, cette technique est très utilisée dans l'analyse des résidus de pesticides organophosphorés.

Données expérimentales

Instrument

L'analyse des hydrocarbures aromatiques et halogénés volatils a été effectuée à l'aide d'un échantillonneur d'espace de tête Agilent 7697A, permettant l'analyse directe des échantillons d'eau (figure 1). La ligne de transfert de l'espace de tête a été installée dans un capillaire split/splitless sur le GC Agilent 8860. Un diviseur à technologie de flux capillaire (CFT) non purgé a été utilisé pour répartir l'échantillon entre deux colonnes. La colonne 1, une colonne Agilent J&W DB-624 Ultra Inert, a été raccordée au détecteur à ionisation de flamme (FID) pour la détection des hydrocarbures aromatiques. La colonne 2, une colonne Agilent HP-5ms Ultra Inert, a été raccordée au détecteur à capture d'électrons (ECD) pour la détection des hydrocarbures halogénés. Le tableau 1 récapitule les paramètres de l'instrument.

L'analyse des pesticides organophosphorés a été réalisée sur un GC 8860 équipé d'une colonne Agilent J&W DB-1701 et d'un détecteur à photométrie de flamme (FPD). L'introduction des échantillons a été effectuée à l'aide d'un passeur automatique de liquides Agilent 7693A d'une capacité de 50 flacons, d'une seringue de 5 µL et d'un port d'injection split/splitless. Le tableau 2 récapitule les paramètres de l'instrument.

Produits chimiques et étalons

Les étalons pour trois hydrocarbures halogénés et cinq aromatiques ont été préparés à partir d'aliquotes de solvants purs (pureté >99,99 %, Sigma-Aldrich) dans le méthanol à 99,9 %. Six niveaux d'étalonnage ont été préparés dans des flacons d'échantillonnage d'espace de tête en ajoutant une solution étalon mère à 5 mL d'eau. Les concentrations finales étaient d'environ 250, 1 000, 1 500, 2 000, 5 000 et 10 000 µg/L pour les hydrocarbures aromatiques et de 20, 50, 100, 200, 500 et 1 000 µg/L pour les hydrocarbures halogénés.

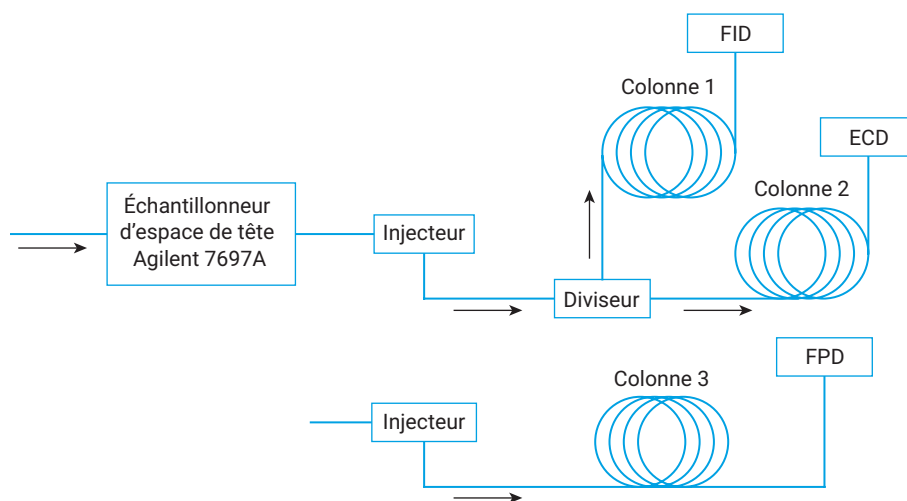


Figure 1. Diagramme de configuration du GC Agilent 8860 équipé d'un échantillonneur d'espace de tête Agilent 7697A.

Tableau 1. Paramètres de méthode pour les hydrocarbures aromatiques et halogénés volatils.

Espace de tête							
Four	70 °C						
Boucle	70 °C						
Ligne de transfert	100 °C						
Stabilisation des flacons	40,00 minutes						
Durée d'injection	0,50 minute						
Agitation des flacons	Niveau 1						
Mode de remplissage des flacons	Mode par défaut						
Pression de remplissage des flacons	15 psi						
Mode de remplissage de la boucle	Mode par défaut						
Injecteur (SSL)							
Mode	Split						
Chauffage	Activé, 250 °C						
Pression	10,795 psi						
Gaz vecteur	Azote						
Rapport de division	50:1						
Débit avec division	50 mL/min						
Purge de septum	3 mL/min						
Insert	Avec division, d.i. 2 mm, Ultra Inert (réf. 5190-6168)						
Colonnes							
Colonne 1	Agilent DB-624 UI (réf. 122-1334UI)						
Dimensions	30 m × 250 µm, 1,40 µm						
Colonne 2	Agilent HP-5ms UI (réf. 19091S-433UI)						
Dimensions	30 m × 250 µm, 0,25 µm						
Débit	1 mL/min, débit constant						
Précolonne	0,2 m × 250 µm						
Élément CFT	Raccord en T à 2 voies, réf. G3184-60065						
Four							
Température initiale	40 °C, palier de 2 minutes						
	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Montée (°C/min)</th> <th>Valeur (°C)</th> <th>Durée du palier (min)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>6</td> <td>120</td> <td>4</td> </tr> </tbody> </table>	Montée (°C/min)	Valeur (°C)	Durée du palier (min)	6	120	4
Montée (°C/min)	Valeur (°C)	Durée du palier (min)					
6	120	4					
Détecteur après colonne 1 (FID)							
Chauffage	250 °C						
Air	400 mL/min						
H ₂	30 mL/min						
Gaz d'appoint	N ₂ à 25 mL/min						
Détecteur après colonne 2 (ECD)							
Chauffage	300 °C						
Gaz d'appoint	N ₂ à 60 mL/min						

Tableau 2. Paramètres de méthode pour les pesticides organophosphorés.

Injecteur (SSL)																
Mode	Splitless															
Chauffage	Activé, 230 °C															
Pression	13,5															
Gaz vecteur	Azote															
Durée de purge	0,75 minute															
Débit de purge	60 mL/min															
Purge de septum	Aucune															
Insert	Splitless (réf. 5190-2293)															
Volume d'injection	1 µL															
Colonnes																
Colonne 3	Agilent DB-1701 (réf. 122-0732)															
Dimensions	30 m × 250 µm, 0,25 µm															
Débit	1 mL/min, débit constant															
Four																
Température initiale	100 °C, palier de 0 minute															
	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Montée (°C/min)</th> <th>Valeur (°C)</th> <th>Durée du palier (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>	Montée (°C/min)	Valeur (°C)	Durée du palier (min)	25	170	0	15	210	1	10	220	0	15	240	5
Montée (°C/min)	Valeur (°C)	Durée du palier (min)														
25	170	0														
15	210	1														
10	220	0														
15	240	5														
Détecteur après colonne 1 (FPD+)																
Ligne de transfert	270 °C															
Bloc d'émission	150 °C															
Air	60 mL/min															
H ₂	60 mL/min															
Gaz d'appoint	N ₂ à 60 mL/min															

Les étalons pour six pesticides organophosphorés ont été achetés auprès d'ANPEL Scientific Instrument Co. Ltd. (Shanghai, Chine). La concentration de chaque composant était de 100 µg/mL. Une solution mère des six composés a été préparée dans le chlorure de méthylène à une concentration finale de 1 000 µg/L. Six flacons ont été préparés à chaque niveau d'étalonnage par dopage avec différents volumes de solution mère. Les mélanges étalon ont été préparés avec des concentrations en étalon de 20, 50, 100, 200, 500 et 1 000 µg/L.

Résultats et discussion

Hydrocarbures aromatiques et halogénés volatils

Les hydrocarbures aromatiques et halogénés volatils ont été bien séparés sur leurs canaux respectifs (figure 2). La reproductibilité des temps de rétention et des aires des pics a été excellente dans cette configuration. Le RSD était en dessous de 2,46 % pour toutes les aires de pics et inférieur à 0,017 % pour le temps de rétention des 10 échantillons d'eau dopés (tableau 3). Les coefficients de corrélation (R^2) de la droite d'étalonnage étaient supérieurs à 0,9994 pour chaque composant.

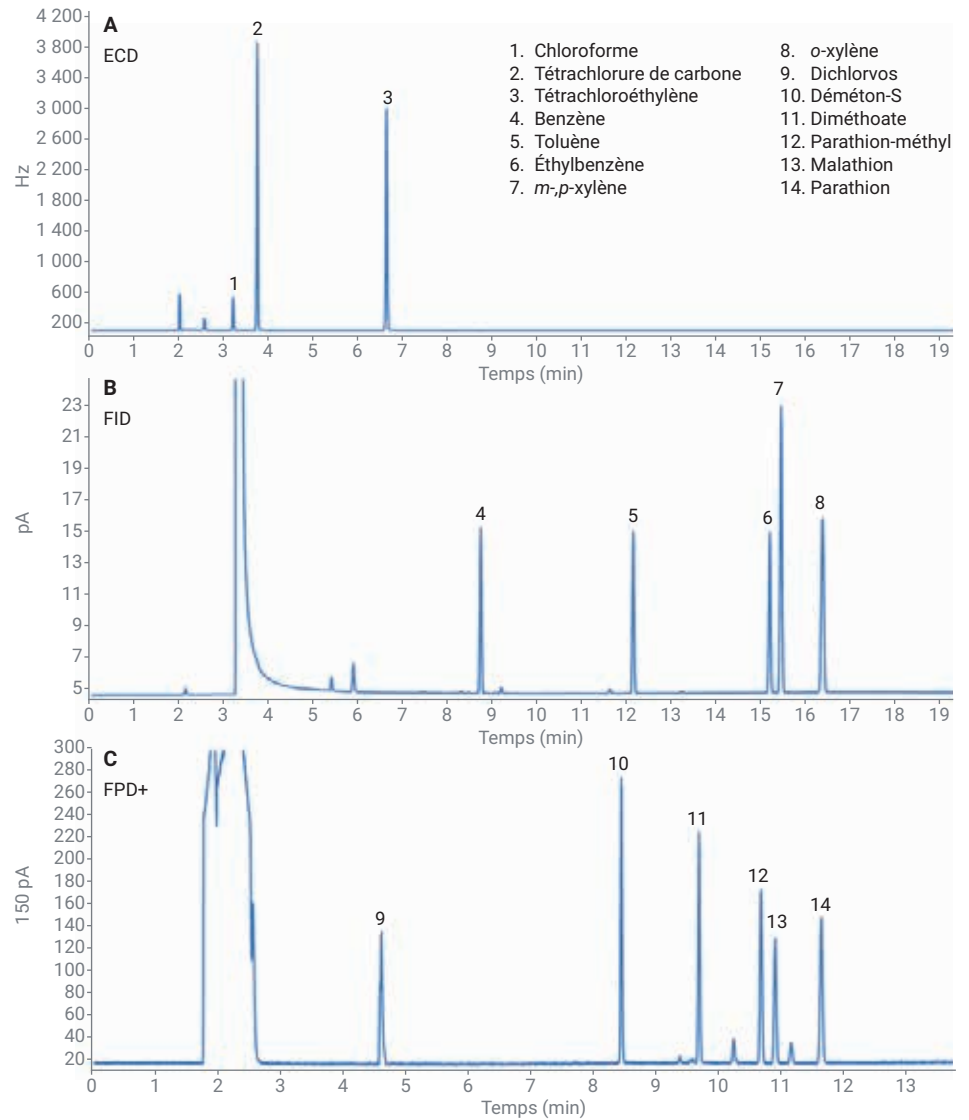


Figure 2. Chromatogrammes ECD (A) et FID (B) d'hydrocarbures aromatiques et halogénés volatils dopés dans l'eau. (C) Chromatogramme FPD+ des étalons de pesticides organophosphorés.

Pesticides organophosphorés

La figure 2 représente un exemple de chromatogramme des six pesticides organophosphorés à une concentration de 100 µg/L. La qualité de la forme des pics et de la séparation de ces composés sur le GC 8860 indique l'excellente inertie du circuit analytique, de l'injecteur au détecteur. Le tableau 4 montre que les coefficients de corrélation de la droite d'étalonnage étaient supérieurs à 0,9995 pour tous ces composés. La reproductibilité a été évaluée à l'aide de six injections du mélange étalon à 100 µg/L. Le tableau 4 illustre la bonne reproductibilité des aires et des temps de rétention. Pour tous les composés, le RSD du temps de rétention était inférieur à 0,019 % et le RSD de l'aire était très en dessous de 1,83 %.

Conclusion

La flexibilité du GC Agilent 8860 permet l'utilisation de plusieurs techniques d'échantillonnage et la configuration de trois détecteurs différents sur un même système. Ce système fournit d'excellents résultats pour diverses classes de composés. L'inclusion d'un échantillonneur d'espace de tête Agilent 7697A en fait un outil polyvalent pour l'analyse de l'eau potable.

Tableau 3. Performances en termes de reproductibilité et d'étalonnage pour les hydrocarbures aromatiques et halogénés volatils.

Composé	RSD (%) de l'aire (n = 10)	RSD (%) du temps de rétention (n = 10)	R ² de l'étalonnage
Chloroforme	1,54	0,017	0,9999
Tétrachlorure de carbone	2,46	0,014	0,9995
Tétrachloroéthylène	2,15	0,010	0,9998
Benzène	1,85	0,008	0,9997
Toluène	1,88	0,006	0,9996
Éthylbenzène	1,79	0,008	0,9995
<i>m,p</i> -xylène	1,75	0,007	0,9995
<i>o</i> -xylène	1,46	0,009	0,9994

Tableau 4. Performances en termes de reproductibilité et d'étalonnage pour les pesticides organophosphorés.

Composé	RSD (%) de l'aire (n = 6)	RSD (%) du temps de rétention (n = 6)	R ² de l'étalonnage
Dichlorvos	1,36	0,017	0,9999
Déméton-S	1,44	0,004	0,9998
Diméthoate	1,56	0,009	0,9997
Parathion-méthyl	1,48	0,015	0,9996
Malathion	1,34	0,013	0,9999

Références

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, *Agilent Technologies Application Note*, publication number 5991-2787EN.
2. Bureau of Environmental Protection of the People's Republic of China, Water and Wastewater Monitoring Methods (Fourth Edition).

www.agilent.com/chem

Ces informations peuvent être modifiées sans préavis.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
Imprimé aux États-Unis, le 15 octobre 2019
5994-1239FR