

Análise da água potável com o GC Agilent 8860 e o amostrador de headspace 7697A

Autores

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

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

Resumo

A flexibilidade do GC Agilent 8860 é demonstrada por uma análise que exige vários tipos de detecção e introdução de amostras. Hidrocarbonetos voláteis halogenados e aromáticos na água são amostrados por headspace para detecção por FID e ECD, e pesticidas organofosforados são detectados por FPD. Um único GC 8860 pode ser configurado para executar as duas análises.

Introdução

Hidrocarbonetos voláteis halogenados e aromáticos podem entrar no lençol freático através de várias fontes. O benzeno, por exemplo, pode penetrar nas águas subterrâneas dos locais de produção e armazenamento de petróleo. A amostragem por headspace é adequada para a detecção desses poluentes na água, pois requer um preparo mínimo de amostras.

Os pesticidas organofosforados são os pesticidas mais amplamente utilizados devido à sua alta eficácia e ao curto período residual. No entanto, atenção crescente tem sido dada à poluição de pesticidas organofosforados na água. A detecção de pesticidas organofosforados é uma parte importante da detecção da qualidade da água. Devido à alta eficiência, precisão e sensibilidade da análise de GC, ela é amplamente utilizada na análise de resíduos de pesticidas organofosforados.

Parte experimental

Instrumentação

A análise de hidrocarbonetos voláteis aromáticos e halogenados foi realizada usando um amostrador de headspace Agilent 7697A, permitindo a análise direta de amostras de água (Figura 1). A linha de transferência do headspace foi instalada em um capilar split/splitless no GC Agilent 8860. Um divisor de tecnologia de fluxo capilar não purgado (CFT) foi usado para dividir a amostra entre duas colunas. A coluna 1, Agilent J&W DB-624 Ultra Inert, foi conectada a um detector de ionização de chama (FID) para a detecção de hidrocarbonetos aromáticos. A coluna 2, Agilent HP-5ms Ultra Inert, foi conectada a um detector de captura de elétrons (ECD) para a detecção de hidrocarbonetos halogenados. A tabela 1 mostra as condições do instrumento.

A análise de pesticidas organofosforados foi realizada usando um GC 8860 equipado com uma coluna Agilent J&W DB-1701 e um detector fotométrico de chama (FPD). A introdução de amostras foi realizada usando um amostrador automático de líquidos Agilent 7693A de 50 vials com uma seringa de 5 µL e uma porta de injeção split/splitless. A Tabela 2 mostra as condições do instrumento.

Produtos químicos e padrões

Padrões para três hidrocarbonetos halogenados e cinco hidrocarbonetos aromáticos foram feitos a partir de alíquotas de solventes puros (> 99,99% de pureza, Sigma-Aldrich) em 99,9% de metanol. Seis níveis de calibração foram feitos em frascos de headspace, adicionando o padrão de estoque a 5 mL de água. As concentrações finais foram de aproximadamente 250, 1.000, 1.500, 2.000, 5.000 e 10.000 µg/L para os hidrocarbonetos aromáticos e 20, 50, 100, 200, 500 e 1.000 µg/L para os hidrocarbonetos halogenados.

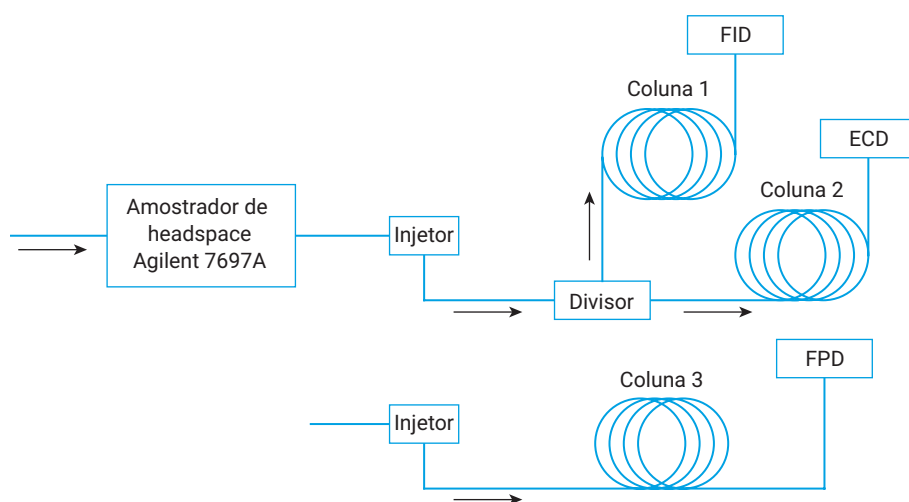


Figura 1. Diagrama de configuração do GC Agilent 8860 com um amostrador de headspace Agilent 7697A.

Tabela 1. Condições do método para hidrocarbonetos voláteis halogenados e aromáticos.

Headspace	
Forno	70 °C
Loop	70 °C
Linha de transferência	100 °C
Equilíbrio do vial	40,00 minutos
Duração da injeção	0,50 minutos
Agitação do vial	Nível 1
Modo de enchimento do vial	Padrão
Pressão de enchimento do vial	15 psi
Modo de enchimento do loop	Padrão
Injetor (SSL)	
Modo	Divisão
Aquecedor	Ligado, 250 °C
Pressão	10,795 psi
Gás de arraste	Nitrogênio
Razão de split	50:1
Fluxo split	50 mL/min
Purga do septo	3 mL/min
Liner	Split, reto, 2 mm de diâmetro interno, Ultra Inert (p/n 5190-6168)
Colunas	
Coluna 1	Agilent DB-624 UI (p/n 122-1334UI)
Dimensões	30 m × 250 µm, 1,40 µm
Coluna 2	Agilent HP-5ms UI (p/n 19091S-433UI)
Dimensões	30 m × 250 µm, 0,25 µm
Fluxo	1 mL/min, fluxo constante
Coluna de retenção	0,2 m × 250 µm
Dispositivo CFT	T de 2 vias, p/n G3184-60065
Forno	
Inicial	40 °C, manter por 2 minutos
	Taxa (°C/min) Valor (°C) Tempo de espera (min)
	6 120 4
Detector da coluna 1 (FID)	
Aquecedor	250 °C
Ar	400 mL/min
H ₂	30 mL/min
Makeup	N ₂ a 25 mL/min
Detector da coluna 2 (ECD)	
Aquecedor	300 °C
Makeup	N ₂ a 60 mL/min

Tabela 2. Condições do método para pesticidas organofosforados.

Injetor (SSL)	
Modo	Splitless
Aquecedor	Ligado, 230 °C
Pressão	13,5
Gás de arraste	Nitrogênio
Tempo de purga	0,75 minutos
Fluxo de purga	60 mL/min
Purga do septo	Desligado
Liner	Splitless (p/n 5190-2293)
Volume de injeção	1 µL
Colunas	
Coluna 3	Agilent DB-1701 (p/n 122-0732)
Dimensões	30 m × 250 µm, 0,25 µm
Fluxo	1 mL/min, fluxo constante
Forno	
Inicial	100 °C, manter por 0 minutos
	Taxa (°C/min) Valor (°C) Tempo de espera (min)
	25 170 0
	15 210 1
	10 220 0
	15 240 5
Detector da coluna 1 (FPD+)	
Linha de transferência	270 °C
Bloco de emissão	150 °C
Ar	60 mL/min
H ₂	60 mL/min
Makeup	N ₂ a 60 mL/min

Os padrões para seis pesticidas organofosforados foram adquiridos na ANPEL Scientific Instrument Co. Ltd. (Shanghai, China). A concentração de cada componente foi de 100 µg/mL. Uma solução estoque dos seis compostos foi preparada em cloreto de metileno para uma concentração final de 1.000 µg/L. Foram feitos seis vials em cada nível de calibração, adicionando quantidades variáveis de solução estoque para atingir os níveis necessários. Os padrões de calibração foram preparados em concentrações padrão de 20, 50, 100, 200, 500 e 1.000 µg/L.

Resultados e discussão

Hidrocarbonetos voláteis, halogenados e aromáticos

Os hidrocarbonetos voláteis halogenados e aromáticos foram bem separados em seus respectivos canais (Figura 2). Excelente área e repetibilidade do tempo de retenção foram alcançados nessa configuração. O RSD% da área para todos os compostos estava abaixo de 2,46% com RSD% do tempo de retenção menor que 0,017% para 10 amostras de água (Tabela 3). Os coeficientes de calibração (R^2) para cada componente estavam acima de 0,9994.

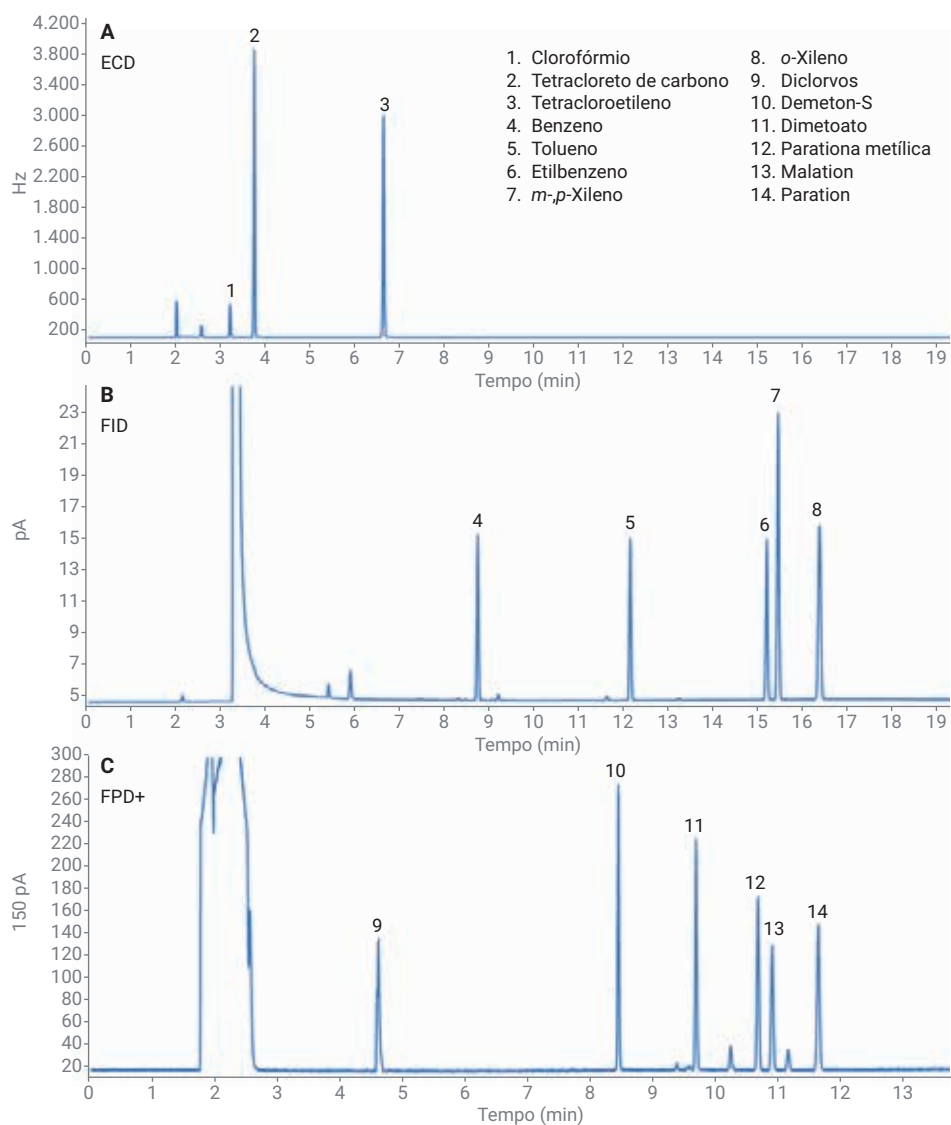


Figura 2. Cromatogramas ECD (A) e FID (B) de hidrocarbonetos voláteis halogenados e aromáticos na água. (C) Cromatograma FPD+ do padrão de pesticidas organofosforados.

Pesticidas organofosforados

A Figura 2 mostra um exemplo de cromatograma dos seis pesticidas organofosforados a uma concentração de 100 µg/L. O sistema de GC 8860 demonstra boa separação e formato do pico para esses compostos, indicando uma trajetória de fluxo altamente inerte do injetor ao detector. A Tabela 4 mostra que os coeficientes de correlação para todos esses compostos foram melhores que 0,9995. A repetibilidade do método foi testada usando seis injeções da mistura padrão de 100 µg/L. A Tabela 4 ilustra que a repetibilidade do tempo de retenção e da área são bastante bons. Para todos os compostos, o RSD% do tempo de retenção está abaixo de 0,019% e o RSD% da área está bem abaixo de 1,83%.

Conclusão

A flexibilidade do GC Agilent 8860 permite que várias técnicas de amostragem e três detectores diferentes sejam configurados em um único sistema. O sistema apresentou excelentes resultados em várias classes de analitos. A inclusão de um amostrador de headspace Agilent 7697A torna esse sistema uma ferramenta versátil para a análise de água potável.

Tabela 3. Repetibilidade e desempenho de calibração dos hidrocarbonetos voláteis halogenados e

Composto	RSD% da área (n = 10)	RSD% do tempo de retenção (n = 10)	R ² da calibração
Clorofórmio	1,54	0,017	0,9999
Tetracloroeto de carbono	2,46	0,014	0,9995
Tetracloroetileno	2,15	0,010	0,9998
Benzeno	1,85	0,008	0,9997
Tolueno	1,88	0,006	0,9996
Etilbenzeno	1,79	0,008	0,9995

Tabela 4. Repetibilidade e desempenho de calibração de pesticidas organofosforados.

Composto	RSD% da área (n = 6)	RSD% do tempo de retenção (n = 6)	R ² da calibração
Diclorvos	1,36	0,017	0,9999
Demeton-S	1,44	0,004	0,9998
Dimetoato	1,56	0,009	0,9997
Parationa metílica	1,48	0,015	0,9996
Malation	1,34	0,013	0,9999

Referências

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 aplicação Agilent Technologies*, número de publicação 5991-2787EN.
2. Departamento de Proteção Ambiental da República Popular da China, Métodos de Monitoramento de Água e Águas Residuais(Quarta Edição).

www.agilent.com/chem

Estas informações estão sujeitas a alterações sem aviso prévio.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
Impresso nos EUA, 15 de Outubro de 2019
5994-1239PTBR