

Анализ питьевой воды на ГХ Agilent 8860 с парофазным пробоотборником Agilent 7697A

Авторы

Ian Eisele (Ян Эйзель)
Agilent Technologies, Inc.
Уилмингтон, Делавэр, США

Ю Цзюань Чжан
(Youjuan Zhang)
Agilent Technologies
(Shanghai) Co. Ltd.
Шанхай, КНР

Аннотация

Универсальность ГХ Agilent 8860 демонстрируется посредством анализа, требующего разных методов детектирования и ввода проб. Отбор проб летучих галогенсодержащих и ароматических углеводородов в воде осуществляется парофазно для детектирования с помощью ПИД и ЭЗД, а фосфорорганические пестициды детектируются на ПФД. Один ГХ 8860 можно конфигурировать для выполнения обоих анализов.

Введение

Летучие галогенсодержащие и ароматические углеводороды могут попадать в грунтовые воды через различные источники. Бензол, например, проникает в грунтовые воды при производстве нефти и в процессе ее хранения. Парофазный отбор проб хорошо подходит для детектирования этих загрязняющих веществ в воде, поскольку требует минимальной пробоподготовки.

Фосфорорганические пестициды являются наиболее часто используемыми благодаря своей высокой эффективности и короткому конечному периоду. Однако все большее внимание уделяется загрязнению фосфорорганическими пестицидами воды. Детектирование фосфорорганических пестицидов является важной частью определения качества воды. Благодаря высокой эффективности, точности и чувствительности ГХ-анализа оно широко используется в анализе остаточных количеств фосфорорганических пестицидов.

Экспериментальная часть

Оборудование

Анализ летучих галогенсодержащих и ароматических углеводородов был выполнен с помощью парофазного пробоотборника Agilent 7697A, который дает возможность проводить прямой анализ проб воды (рис. 1). Парофазная транспортная линия была установлена на испарителе с делением / без деления потока на ГХ Agilent 8860. Делитель потока с технологией капиллярных потоков (CFT) без обратной продувки применялся для разделения пробы на две колонки. Колонка 1, Agilent J&W DB-624 Ultra Inert, соединялась с пламенно-ионизационным детектором (ПИД) для обнаружения ароматических углеводородов. Колонка 2, Agilent HP-5ms Ultra Inert, соединялась с электрозахватным детектором (ЭЗД) для обнаружения галогенсодержащих углеводородов. В табл. 1 представлены условия проведения анализа.

Анализ фосфорорганических пестицидов выполнялся на ГХ 8860, на канале с колонкой Agilent J&W DB-1701 и пламенно-фотометрическим детектором (ПФД). Ввод проб проводили с использованием автосамплера Agilent 7693A на 50 виал со шприцем на 5 мкл в инжектор. В табл. 2 представлены условия проведения анализа.

Химические вещества и стандарты

Стандарты для трех галогенсодержащих и пяти ароматических углеводородов изготавливались из аликвот неразбавленных растворителей (> 99,99% чистоты, Sigma-Aldrich) в растворе метанола 99,9%. Шесть уровней калибровки готовились в виалах для парофазного анализа посредством добавления смеси стандартов к 5 мл воды. Конечные концентрации составляли приблизительно 250, 1 000, 1 500, 2 000, 5 000 и 10 000 мкг/л для ароматических углеводородов и 20, 50, 100, 200, 500 и 1 000 мкг/л для галогенсодержащих углеводородов.

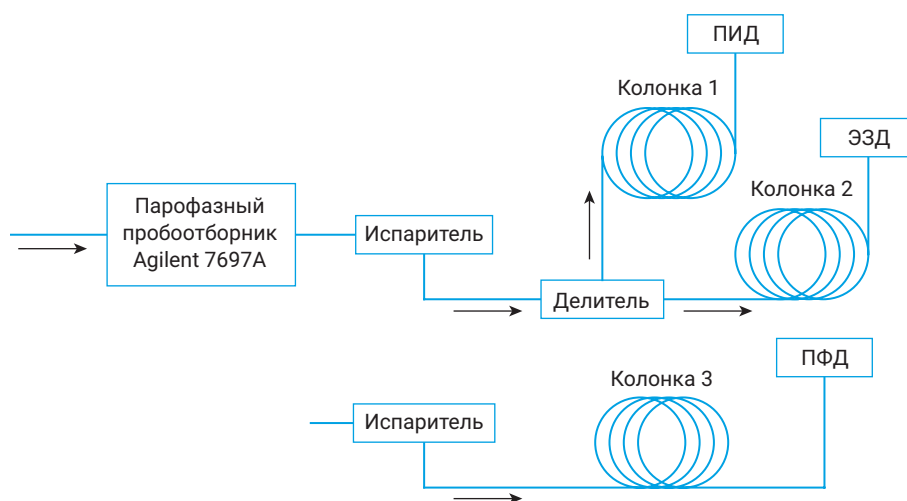


Рис. 1. Схема конфигурации ГХ Agilent 8860 с парофазным пробоотборником Agilent 7697A.

Таблица 1. Параметры метода определения летучих галогенсодержащих и ароматических углеводородов.

Для анализа паровой фазы							
Термостат	70 °С						
Петля	70 °С						
Транспортная линия	100 °С						
Уравновешивание виалы	40,00 мин						
Продолжительность ввода	0,50 мин						
Встряхивание виалы	Уровень 1						
Режим наддува виалы	По умолчанию						
Давление наддува виалы	15 psi (1,03 бара)						
Режим наполнения петли инжектора	По умолчанию						
Испаритель (SSL)							
Режим ввода	С делением потока						
Нагреватель	Вкл., 250 °С						
Давление	10,795 psi (0,74 бара)						
Газ-носитель	Азот						
Коэффициент деления потока	50 : 1						
Поток деления	50 мл/мин						
Продувка септы	3 мл/мин						
Лайнер	С делением потока, ровный, внутренний диаметр 2 мм, Ultra Inert (кат. № 5190-6168)						
Колонки							
Колонка 1	Agilent DB-624 UI (кат. № 122-1334UI)						
Размеры	30 м × 250 мкм, 1,40 мкм						
Колонка 2	Agilent HP-5ms UI (кат. № 19091S-433UI)						
Размеры	30 м × 250 мкм, 0,25 мкм						
Поток	1 мл/мин, постоянный						
Предколонка	0,2 м × 250 мкм						
Устройство с технологией капиллярных потоков	2-канальный T-образный коннектор, кат. № G3184-60065						
Термостат							
Исходное	40 °С, удерживание в течение 2 минут						
	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Скорость нагрева (°С/мин)</th> <th>Температура (°С)</th> <th>Время удерживания (мин)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>6</td> <td>120</td> <td>4</td> </tr> </tbody> </table>	Скорость нагрева (°С/мин)	Температура (°С)	Время удерживания (мин)	6	120	4
Скорость нагрева (°С/мин)	Температура (°С)	Время удерживания (мин)					
6	120	4					
Детектор колонки 1 (ПВД)							
Нагреватель	250 °С						
Воздух	400 мл/мин						
N ₂	30 мл/мин						
Поток подпитки	N ₂ 25 мл/мин						
Детектор колонки 2 (ЭЗД)							
Нагреватель	300 °С						
Поток подпитки	N ₂ 60 мл/мин						

Таблица 2. Параметры метода определения фосфорорганических пестицидов.

Испаритель (SSL)																
Режим ввода	Без деления потока															
Нагреватель	Вкл., 230 °С															
Давление	13,5															
Газ-носитель	Азот															
Время продувки	0,75 мин															
Продувка регулятора деления потока	60 мл/мин															
Продувка септы	Откл.															
Лайнер	Без деления потока (кат. № 5190-2293)															
Объем ввода	1 мкл															
Колонки																
Колонка 3	Agilent DB-1701 (кат. № 122-0732)															
Размеры	30 м × 250 мкм, 0,25 мкм															
Поток	1 мл/мин, постоянный															
Термостат																
Исходное	100 °С, удерживание в течение 0 минут															
	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Скорость нагрева (°С/мин)</th> <th>Температура (°С)</th> <th>Время удерживания (мин)</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>	Скорость нагрева (°С/мин)	Температура (°С)	Время удерживания (мин)	25	170	0	15	210	1	10	220	0	15	240	5
Скорость нагрева (°С/мин)	Температура (°С)	Время удерживания (мин)														
25	170	0														
15	210	1														
10	220	0														
15	240	5														
Детектор колонки 1 (ПФД+)																
Транспортная линия	270 °С															
Блок излучения	150 °С															
Воздух	60 мл/мин															
N ₂	60 мл/мин															
Поток подпитки	N ₂ 60 мл/мин															

Стандарты для шести фосфорорганических пестицидов были приобретены в ANPEL Scientific Instrument Co. Ltd. (Шанхай, Китай). Концентрация каждого компонента была 100 мкг/мл. Базовый раствор шести соединений готовился в метиленхлориде для конечной концентрации 1 000 мкг/л. Шесть виал калибровочных стандартов готовились добавлением расчетного количества базового раствора до достижения необходимых уровней. Для каждой из шести концентраций (20, 50, 100, 200, 500 и 1000 мкг/л) были приготовлены калибровочные стандарты.

Результаты и их обсуждение

Летучие галогенсодержащие и ароматические углеводороды

Летучие галогенсодержащие и ароматические углеводороды хорошо разделялись по соответствующим каналам (рис. 2). За счет данной конфигурации достигались превосходные повторяемость площадей пиков и значения времен удерживания. ОСО площади для всех компонентов было ниже 2,46%, при этом ОСО времен удерживания составляло менее 0,017% для 10 проб воды с добавками (табл. 3). Калибровочные коэффициенты (R^2) для каждого компонента были выше 0,9994.

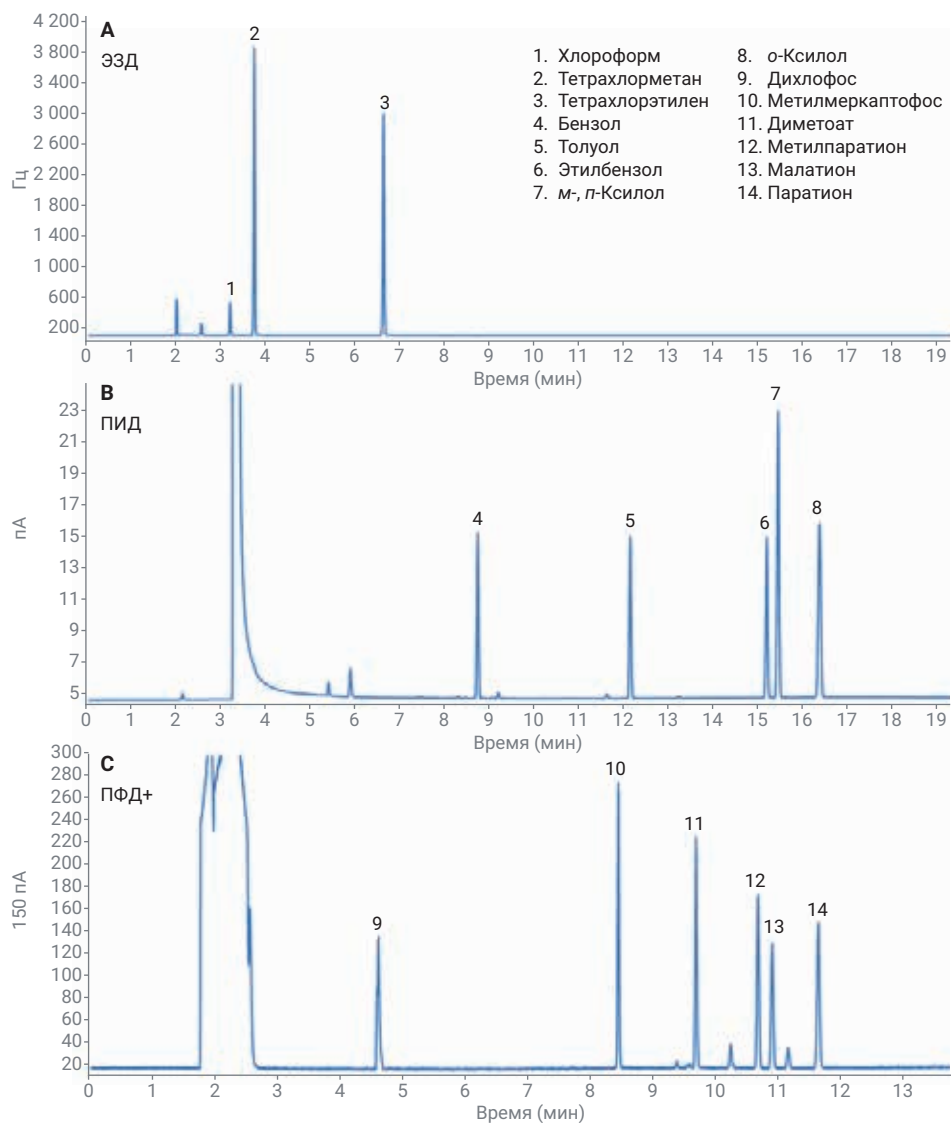


Рис. 2. Хроматограммы ЭЗД (А) и ПИД (В) летучих галогенсодержащих и ароматических углеводородов, разведенных в воде. Хроматограмма ПФД+ (С) стандарта фосфорорганического пестицида.

Фосфорорганические пестициды

На рис. 2 представлен пример хроматограммы шести фосфорорганических пестицидов с концентрацией 100 мкг/л. В отношении этих соединений система ГХ 8860 демонстрирует хорошие форму пиков и разделение, что указывает на высокую инертность тракта хроматографа от испарителя до детектора. Из табл. 4 видно, что коэффициенты корреляции для всех соединений превышают 0,9995. Повторяемость метода тестировалась с помощью шести вводов стандартной смеси при 100 мкг/л. Табл. 4 демонстрирует достаточно хорошие значения времен удерживания и площади пиков. Для всех соединений значения ОСО были ниже 0,019% для времен удерживания и значительно ниже 1,83% для площади пика.

Выводы

Универсальность ГХ Agilent 8860 дает возможность использовать многочисленные методики отбора проб и три различных детектора в одной системе. Система продемонстрировала превосходные результаты для различных классов аналитов. Добавление парофазного пробоотборника Agilent 7697A делает эту систему универсальным инструментом для анализа питьевой воды.

Таблица 3. Повторяемость и эффективность калибровки летучих галогенсодержащих и ароматических углеводородов.

Соединение	ОСО площади, % (n = 10)	ОСО времен удерживания, % (n = 10)	Калибровка R ²
Хлороформ	1,54	0,017	0,9999
Тетрахлорметан	2,46	0,014	0,9995
Тетрахлорэтилен	2,15	0,010	0,9998
Бензол	1,85	0,008	0,9997
Толуол	1,88	0,006	0,9996
Этилбензол	1,79	0,008	0,9995
м-, п-Ксилол	1,75	0,007	0,9995
о-Ксилол	1,46	0,009	0,9994

Таблица 4. Повторяемость и эффективность калибровки фосфорорганических пестицидов.

Соединение	ОСО площади, % (n = 6)	ОСО времен удерживания, % (n = 6)	Калибровка R ²
Дихлофос	1,36	0,017	0,9999
Метилмеркаптофос	1,44	0,004	0,9998
Диметоат	1,56	0,009	0,9997
Метилпаратион	1,48	0,015	0,9996
Малатион	1,34	0,013	0,9999
Паратион	1,83	0,019	0,9996

Литература

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

Информация в этом документе может быть изменена без уведомления.

© Agilent Technologies, Inc., 2019
Напечатано в США 15 Октябрь 2019 г.
5994-1239RU