

Analyse des composés organiques semi-volatils dans l'eau potable avec le GC Agilent Intuvo 9000 et le MSD 5977 et plage d'étalonnage étendue

Avantage technologique :
GC Agilent Intuvo 9000 avec MSD



Auteur

Matthew Giardina, Ph.D.
Agilent Technologies, Inc.

Introduction

De nombreux organismes de réglementation gouvernementaux à travers le monde ont introduit des directives pour la surveillance des contaminants organiques dans l'eau potable. Du fait de sa sensibilité et de sa sélectivité, la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC/MS) est une technique essentielle pour la quantification d'un large éventail de ces contaminants¹. Aux États-Unis, la méthode 525 de l'Agence de protection de l'environnement (EPA) détaille les procédures pour l'extraction et l'analyse de plus de 100 composés organiques appartenant à plusieurs classes de composés^{2,3}. Ces composés comprennent les pesticides organochlorés, les pesticides azotés et phosphorés, les hydrocarbures aromatiques polycycliques, certains polychlorobiphényles et d'autres composés organiques semi-volatils. De plus, cette technique peut être utilisée pour les analytes multicomposés tels que toxaphène, aroclors et chlordane technique. L'analyse de ce large éventail de composés peut être difficile en raison de leurs différences de polarité, de volatilité et de stabilité.

Les méthodes EPA versions 525.2 et 525.3 préconisent des plages d'étalonnage de respectivement 0,1–10 ng/µL et 0,1–5 ng/µL pour les analyses full scan. Certains organismes étatiques ont abaissé les seuils de déclaration, exigeant que les laboratoires élargissent l'intervalle d'étalonnage en incluant 0,02 ng/µL comme étalon de basse concentration⁴. Pour certains composés, la linéarité sur une plage de 0,02 à 5 ng/µL peut être difficile à atteindre et l'étalonnage est rarement tenté sur un intervalle plus long. Cela peut entraîner le besoin de réanalyser les échantillons dont les niveaux de concentration sont au-delà de la plage d'étalonnage, en particulier si l'instrument est utilisé pour l'analyse d'échantillons autres que l'eau potable traitée.

Dans cette étude, l'effet de l'utilisation d'un disque d'extraction de 9 mm dans une source EI inerte a été comparé aux disques de 3 et 6 mm sur une plage d'étalonnage de 0,02 à 15 ng/µL à l'aide du MSD Agilent 5977 et du GC Agilent Intuvo 9000. Les résultats démontrent que la plage linéaire pourrait être étendue pour tous les composés étudiés, tout en maintenant une sensibilité suffisante pour permettre la détection de la plupart des étalons de faible concentration et satisfaire aux exigences d'étalonnage spécifiées dans la méthode. Le disque d'extraction de 9 mm présentait la réponse la plus uniforme sur toute la plage d'étalonnage, en particulier pour les composés dont l'affinité d'adsorption peut poser problème.

Préparation des échantillons

Trois étalons multicomposés à 100 ng/µL de composés semi-volatils (SVM-525), de pesticides organochlorés (PPM-525E) et de pesticides azotés/phosphorés (NPM-525C) ont été achetés chez Ultra Scientific et mélangés afin de préparer une solution mère. Des aliquotes de cette solution ont été diluées dans l'acétate d'éthyle pour préparer des mélanges étalon

Données expérimentales

Instruments

Paramètre	Valeur
GC	GC Agilent Intuvo 9000 avec MS simple circuit
MS	MSD Agilent 5977 avec source EI inerte
Disque d'extraction	3, 6, et 9 mm (G2589-20100, G2589-20045, G3440-20022, respectivement)
Colonne	Agilent DB-UI 8270D, 30 m × 0,25 mm, 0,25 µm (122-9732-INT)
Insert	Insert simple rétreint sans division Ultra Inerte d'Agilent avec laine de verre (5190-2293)

Conditions relatives à l'instrument

Paramètre	Valeur
Volume d'injection	1 µL
Injecteur	Split/splitless 280 °C Mode sans division pulsé à 50 psi jusqu'à 1 minute Purge 50 mL/min à 1 minute Purge de septum en mode débit inversé 3 mL/min
Guard Chip	40 °C pendant 1 minute, 25 °C/min jusqu'à 160 °C, 3 minutes, 6 °C/min jusqu'à 312 °C
Température de colonne	40 °C pendant 1 minute, 25 °C/min jusqu'à 160 °C, 3 minutes, 6 °C/min jusqu'à 312 °C
Température du bus	245 °C
Débit	Débit constant de 1,2 mL/min
Température de la ligne de transfert	270 °C
Disques d'extraction	3, 6, ou 9 mm
Température de la source d'ionisation	320 °C
Température du quadripôle	200 °C

de 0,02, 0,05, 0,1, 0,2, 0,5, 1, 2,53, 5, 10 et 15,3 ng/µL pour la plupart des composés (Tableau A1 en annexe). Les **isomères** *cis* et *trans* de la perméthrine étaient présents à une concentration globale de 200 ng/µL dans l'étalon de pesticide organochloré. Le mélange était présumé équimolaire, avec des concentrations proches de celles énumérées ci-dessus. Le pentachlorophénol était présent à une concentration 4 fois plus élevée dans le mélange de composés semi-volatils, générant des mélanges étalon 4 fois plus concentrés pour chaque niveau

d'étalonnage. MGK-264 était présent en tant que mélange d'isomères, avec une concentration totale de 100 ng/µL dans l'étalon de pesticides azotés/phosphorés. Deux isomères prédominants ont été identifiés. Ils ont tous deux été quantifiés séparément avec une concentration hypothétique égale à la moitié des niveaux de concentration indiqués ci-dessus. Des étalons internes et des substitués d'étalons (ISM-510) ont été ajoutés à chaque mélange étalon pour obtenir une concentration de 5 ng/µL à chaque niveau.

Résultats et discussion

Vérification des performances de l'instrument

Selon la méthode 525, le GC/MS doit réussir les tests de conformité de l'instrument avant de pouvoir être utilisé pour l'analyse des échantillons. L'étalon de vérification des performances instrumentales (IPC), qui contient du DFTPP, de l'endrine et du 4,4'-DDT, est utilisé dans les tests de conformité pour la validation des réglages et de l'inertie du circuit du MSD. Les résultats des mesures réalisées sur l'Intuvo et le MSD 5977 avec l'étalon IPC ont déjà été publiés⁵.

Dans la méthode 525.2, la résolution chromatographique doit être démontrée pour certains isomères. La séparation à la ligne de base est requise pour l'anthracène et le phénanthrène. Une résolution de moins de 25 % est requise pour le benz[a]anthracène et le chrysène. La résolution est donnée par le rapport entre la hauteur de la vallée entre les pics et la moyenne des hauteurs des pics des deux composés pour une solution de concentration moyenne.

La Figure 1A présente la séparation obtenue pour tous les composés cibles à la concentration intermédiaire de 2,5 ng/μL, ainsi que pour les étalons internes et les substitués d'étalons à 5 ng/μL. La Figure 1B présente un chromatogramme d'ions extraits (EIC) de l'anthracène et du phénanthrène (m/z 178). La Figure 1C présente un EIC du benz[a]anthracène et du chrysène (m/z 228). La séparation à la ligne de base a été obtenue pour les deux paires d'isomères.

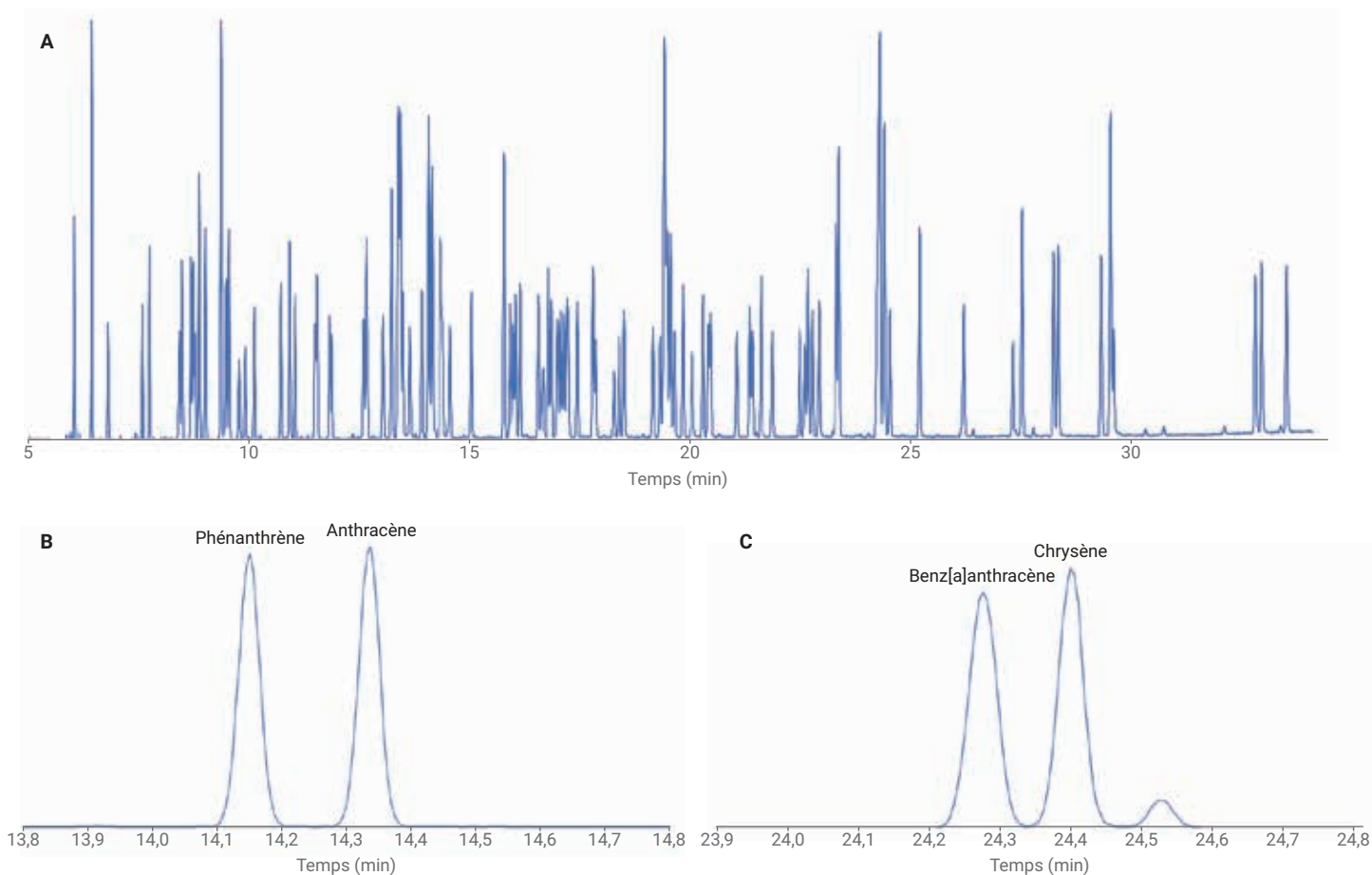


Figure 1. chromatogramme d'ions totaux montrant la séparation de tous les composés cibles, des étalons internes et des substitués d'étalons (A). Chromatogrammes d'ions extraits montrant la résolution à la ligne de base du phénanthrène et de l'anthracène (B), ainsi que du benz[a]anthracène et du chrysène (C).

Comparaison des disques d'extraction EI

La réponse, la linéarité et le rapport signal sur bruit (S/B) ont été comparés pour les disques d'extraction de diamètres de 3, 6 et 9 mm dans la source EI inerte. Les différences de performances générales peuvent être illustrées en examinant les résultats de trois composés cibles : le 2,3-dichlorobiphényle, le phtalate de bis(2-éthylhexyle) et le benzo[g,h,i]pérylène. Ces composés ont été sélectionnés parce qu'ils possèdent une polarité faible à intermédiaire et sont non réactifs et non labiles. Toutefois, ces composés diffèrent en termes de taille, de pression de vapeur, de point d'ébullition et de polarisabilité (Tableau 1).

La Figure 2 représente la réponse relative pour chacun des composés cibles sélectionnés à chaque niveau d'étalonnage pour les disques de 3 et 6 mm normalisés par rapport au disque de 9 mm (en calculant le rapport des surfaces des pics d'ions extraits). Les lignes pointillées de la Figure 2 correspondent aux réponses normalisées moyennes sur toute la plage d'étalonnage. Comme prévu, la réponse relative était atténuée pour les disques d'ouverture plus importante. En moyenne, la réponse a diminué d'environ 1,5 fois entre les lentilles de 3 à 6 mm et d'environ

1,9 fois entre les lentilles de 6 et 9 mm. Ce graphique révèle également la variation de la réponse en fonction du diamètre du disque d'extraction et du composé cible. Cette variation a été étudiée plus en détail en examinant son effet sur l'étalonnage.

Selon la méthode 525, l'étalonnage par l'intermédiaire d'une régression ou d'un facteur de réponse moyen est acceptable si les critères d'acceptation sont respectés. Pour un étalonnage effectué à l'aide du facteur de réponse moyen, la déviation standard relative (RSD) des facteurs

de réponse doit être inférieure à 30 %. Pour chaque méthode d'étalonnage, la concentration calculée ne doit pas différer de plus de 30 % de la concentration réelle pour chaque niveau. Le Tableau 2 répertorie le facteur de réponse moyen, l'écart type et la RSD pour chaque composé cible sélectionné et pour chaque diamètre de disque d'extraction sur l'ensemble de la plage d'étalonnage de 0,02 à 15 ng/μL. La Figure 3 représente l'erreur de la concentration calculée à chaque niveau d'étalonnage et pour chaque disque d'extraction.

Tableau 1. Propriétés physiques des composés cibles sélectionnés.

Composé cible	Formule moléculaire	Point d'ébullition (°C)	Pression de vapeur (Torr) [9]	Polarisabilité (cm ³) [10]	Surface de section transversale (Å ²) [11]
2,3-dichlorobiphényle	C ₁₂ H ₈ Cl ₂	172 [6]	1,29 × 10 ⁻³	24 × 10 ⁻²⁴	227,13
Benzo[g,h,i]pérylène	C ₂₂ H ₁₂	550 [7]	1,12 × 10 ⁻⁹	40 × 10 ⁻²⁴	276,58
Phtalate de bis(2-éthylhexyle)	C ₂₄ H ₃₈ O	386 [8]	3,95 × 10 ⁻⁶	45 × 10 ⁻²⁴	484,54

Tableau 2. Facteurs de réponse moyens, écarts types et RSD pour les composés cibles sélectionnés.

	2,3-dichlorobiphényle			Benzo[g,h,i]pérylène			Phtalate de bis(2-éthylhexyle)		
	3 mm	6 mm	9 mm	3 mm	6 mm	9 mm	3 mm	6 mm	9 mm
FR moyen	0,804	0,756	0,730	0,830	0,946	0,974	0,531	0,806	0,962
Écart type	0,033	0,038	0,035	0,162	0,103	0,051	0,202	0,090	0,063
RSD en %	4,13	4,99	4,84	19,53	10,90	5,20	38,13	11,14	6,54

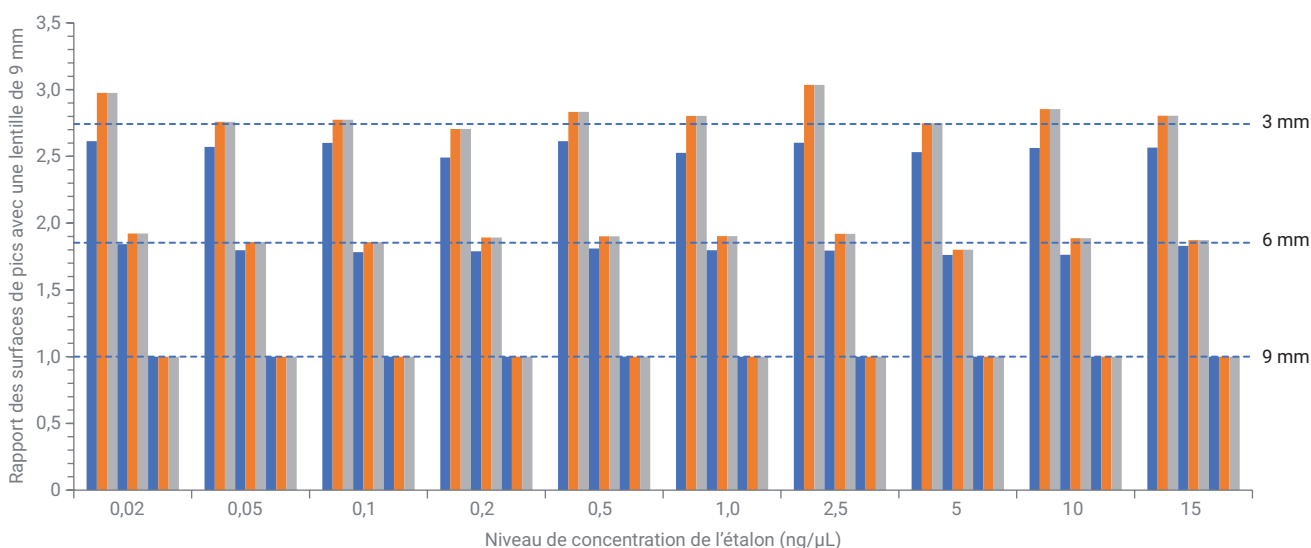


Figure 2. Comparaison de la réponse pour les composés cibles sélectionnés : 2,3-dichlorobiphényle (en bleu), benzo[g,h,i]pérylène (en orange) et phtalate de bis(2-éthylhexyle) (en gris). Les lignes pointillées représentent la réponse normalisée moyenne pour tous les composés et toutes les concentrations à chaque diamètre de disque.

Plusieurs effets peuvent être observés dans ces résultats d'étalonnage. Pour le 2,3-dichlorobiphényle, les facteurs de réponse moyens (Tableau 2) ont légèrement diminué entre les disques de 3 et 9 mm, mais en demeurant à moins de deux écarts types. Ce qui indique que la différence dans la moyenne n'est probablement pas significative. Mais surtout, pour chaque disque d'extraction, les étalonnages ont satisfait aux critères de RSD des facteurs de réponse moyens et d'erreur calculée (Figure 3A). Pour l'essentiel, aucune différence dans les performances d'étalonnage n'a été observée entre les différents diamètres de disque d'extraction. Les résultats ont été assez différents pour le benzo[g,h,i]pérylène. Ce composé était élué en dernier dans la liste des composés cibles, avec un point d'ébullition relativement élevé et une faible pression de vapeur (Tableau 1). Comme indiqué dans le Tableau 2 et la Figure 3B, les résultats de l'étalonnage ont différé considérablement en fonction du diamètre du disque d'extraction sélectionné. La RSD des facteurs de réponse moyens et les erreurs calculées à chaque niveau d'étalonnage ont diminué entre les disques de 3 et 9 mm. Une tendance similaire, mais avec un effet amplifié, a été observée avec le phtalate de bis(2-éthylhexyle). Ce composé n'a pu satisfaire ni aux critères de RSD ni aux critères de concentration calculés avec le disque d'extraction de 3 mm. Fait intéressant, le phtalate de bis(2-éthylhexyle) possède un point d'ébullition plus faible et une pression de vapeur plus élevée que le benzo[g,h,i]pérylène, mais présente une plus grande polarisabilité et une plus grande surface de section transversale (Tableau 1). Cela suggère que la non-linéarité observée n'est pas strictement liée à la volatilité, mais qu'elle dépend également de la propension des composés à interagir avec la surface du disque d'extraction.

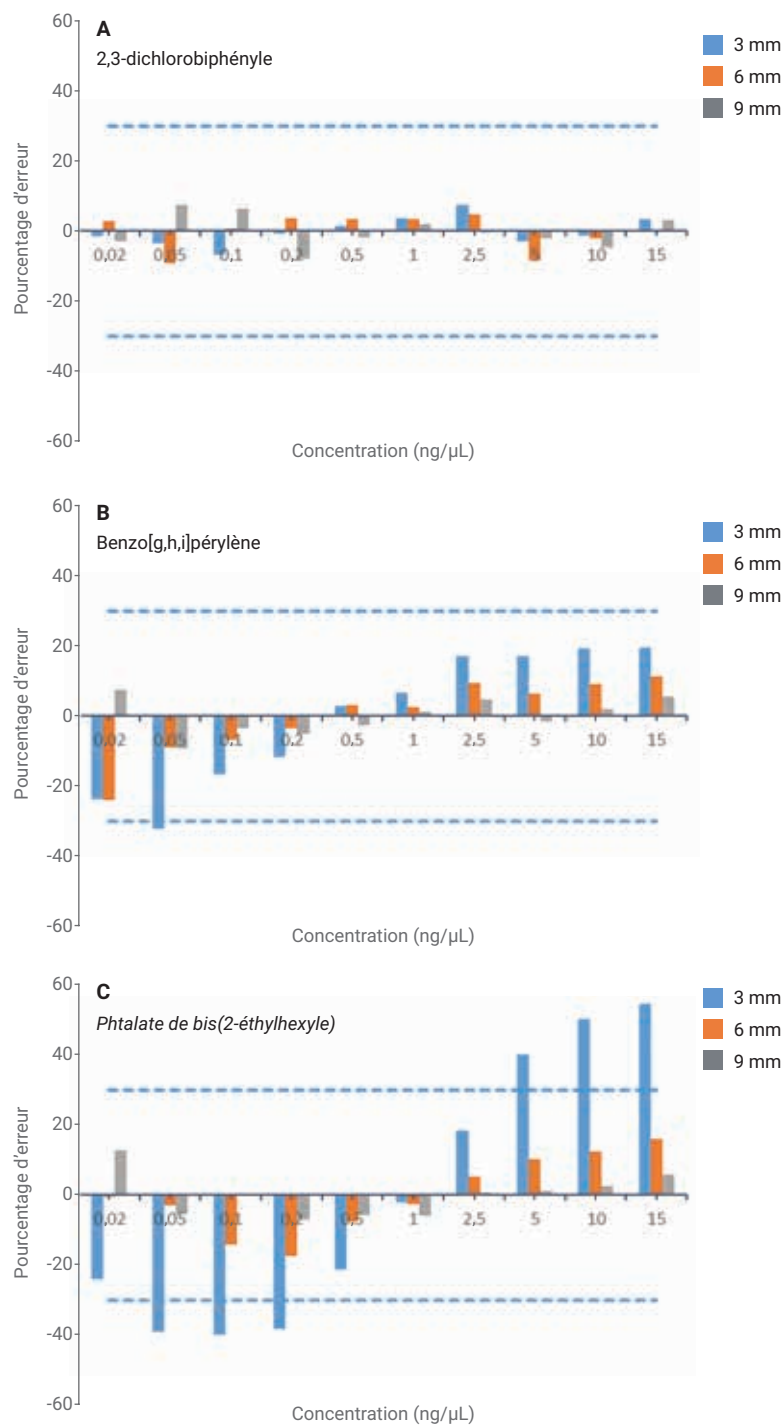


Figure 3. Erreurs dans les concentrations calculées en fonction des facteurs de réponse moyens à chaque niveau d'étalonnage pour le 2,3-dichlorobiphényle (A), le benzo[g,h,i]pérylène (B) et le phtalate de bis(2-éthylhexyle) (C) pour les disques d'extraction de 3 mm (en bleu), 6 mm (en orange) et 9 mm (en gris) de diamètre.

Le rapport S/B pic à pic a été calculé pour chaque composé cible à 0,02 ng/μL et pour les trois ouvertures (Tableau 3). Seul le 2,3-dichlorobiphényle présente une nette tendance à la baisse du rapport S/B avec l'augmentation de l'ouverture du disque d'extraction. Il est possible que l'effet d'adsorption empêche l'observation d'une tendance nette du rapport S/B pour le benzo[g,h,i]pérylène et le phtalate de bis(2-éthylhexyle).

Plage d'étalonnage linéaire étendue (disque d'extraction de 9 mm)

Avec le disque d'extraction de 9 mm installé, une plage d'étalonnage étendue de 0,02 à 15 ng/μL a été comparée aux étalonnages de 0,1 à 10 ng/μL (comme spécifié dans la méthode 525.2) et de 0,1 à 5 ng/μL (comme spécifié dans la méthode 525.3) pour l'ensemble des 101 composés cibles. L'étalonnage a été réalisé conformément aux exigences de la méthode et à l'approche typiquement suivie dans les laboratoires environnementaux. L'étalonnage a d'abord été tenté à l'aide de l'ensemble des 10 niveaux d'étalonnage en se basant sur le facteur de réponse moyen. Si le facteur de réponse moyen possédait un RSD inférieur à 30 %, la concentration calculée pour chaque niveau était contrôlée pour s'assurer qu'elle ne différait pas de plus de 30 % de la valeur réelle. Si la

concentration calculée s'écartait de cette limite de 30 % ou si le RSD dépassait 30 %, alors les niveaux d'étalonnage les plus faibles étaient supprimés jusqu'au respect de ces critères. Si le nombre minimal de cinq points d'étalonnage ne pouvait être obtenu après la suppression de ces niveaux, alors une régression linéaire pondérée était utilisée. La concentration calculée de tous les niveaux ne devait pas différer de plus de 30 % de la valeur réelle.

La Figure 4 présente une comparaison des RSD pour chacune des trois plages d'étalonnage et pour tous les composés cibles basée sur le facteur de réponse moyen, à l'exception de l'endrine et du sulfate d'endosulfan. Il a été nécessaire

d'utiliser une régression linéaire pondérée pour les trois plages d'étalonnage de l'endrine, ainsi que pour la plage de 0,02 à 15 ng/μL du sulfate d'endosulfan (Tableau A2 en annexe). Le Tableau 4 répertorie la moyenne et l'écart type du RSD pour chacune des plages d'étalonnage. La distribution des RSD pour les plages d'étalonnage allant jusqu'à 5 et 10 ng/μL était quasi identique, tandis qu'une légère augmentation du RSD moyen était observée pour la plage d'étalonnage allant jusqu'à 15 ng/μL. Dans les trois cas, l'étalonnage a été réussi selon les critères de la méthode. (Les facteurs de réponse de tous les composés cibles sont indiqués dans le Tableau A1 en annexe.)

Tableau 3. Rapport S/B des composés cibles sélectionnés.

D.i. du disque d'extraction (mm)	2,3-dichlorobiphényle	Benzo[g,h,i]pérylène	Phtalate de bis(2-éthylhexyle)
3	23,7	43,4	18,7
6	20,7	26,4	36,2
9	13,4	26,0	22,8

Tableau 4. Caractéristiques pour trois plages d'étalonnage.

Plage d'étalonnage (ng/μL)	RSD moyen des FR	Écarts types des RSD moyen des FR	Composés cibles requérant une régression linéaire pondérée
0,02–15	8,38	3,51	Endrine, sulfate d'endosulfan
0,1–10	6,69	3,42	Endrine
0,1–5	6,64	3,30	Endrine

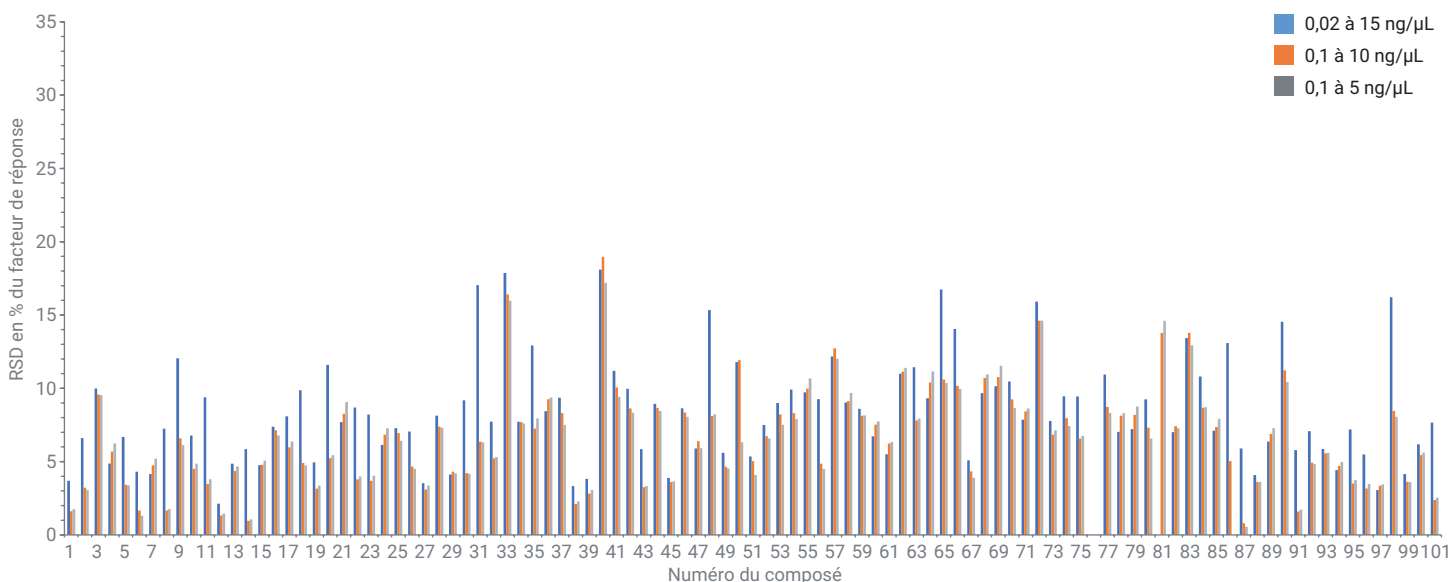


Figure 4. Comparaison des RSD en pour cent pour les plages d'étalonnage 0,02–15 ng/μL (en bleu), 0,1–10 ng/μL (en orange) et 0,1–5 ng/μL (en gris). (L'identification des composés est indiquée dans le Tableau A1 en annexe.)

Conclusions

Le GC Intuvo 900 et le MSD 5977 ont permis de satisfaire aux exigences d'étalonnage pour l'analyse des composés organiques semi-volatils dans l'eau potable selon la méthode EPA 525. L'augmentation du diamètre du disque d'extraction de 3 à 9 mm dans la source EI a entraîné l'augmentation de la gamme dynamique quantitative, permettant l'étalonnage sur une plage de 0,02 à 15 ng/µL pour la plupart des composés.

Références

1. Padilla-Sánchez, J. A.; Plaza-Bolaños, P.; Frenich, A. G. Applications and strategies Based on Gas Chromatograph - Low-Resolution Mass Spectrometry (GC-LRMS) for the Determination of Residues and Organic Contaminants in Environmental Samples. *In* Comprehensive Analytical Chemistry; Cappiello, A.; Palma, P., Eds.; Advanced Techniques in Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS-MS and GC-TOF-MS) for Environmental Chemistry, Volume 61; Ferrer, I.; Thurman, E., Eds.; Elsevier, Oxford, 2013; pp 181-202.
2. Munch, J. W. Method 525.2: Determination of Organic Compounds in Drinking Water by Liquid-Solid Extraction and Capillary Column Gas Chromatography/Mass Spectrometry. United States Environmental Protection Agency, Department of Water, **1995**.
3. Munch, J. W.; *et al.* Method 525.3: Determination of Organic Compounds in Drinking Water by Liquid-Solid Extraction and Capillary Column Gas Chromatography/Mass Spectrometry. United States Environmental Protection Agency, **2012**.
4. Title 18. Environmental Quality, Chapter 11. Department of Environmental Quality – Water Quality Standard, Arizona Department of State, Phoenix, AZ, **2016**.
5. Endrin and DDT Stability Study for Drinking Water Method EPA 525.2 on the Intuvo, *note d'application d'Agilent Technologies*, numéro de publication 5991-9277EN, **2018**.
6. de Crauw, Th. Recueil des travaux chimiques des Pays-Bas et de la Belgique. **1931**, 50(9), 753-855.
7. Katsoyiannis, A. *Environ. Sci. Technol.* **2011**, 45(20), 8897-8906.
8. Gartner, S. J. *Agric. Food Chem.* **2009**, 57(22), 10675-10681.
9. Calculée à l'aide du logiciel Advanced Chemistry Development (ACD/Labs) V11.02.
10. ChemSpider. <http://www.chemspider.com/> (consulté le 18 avril **2018**).
11. Spartan '16, version 2.0.7, 64 bits pour Windows et Linux, Wavefunction, Inc. Irvine, CA, 1^{er} août **2017**.

Annexe A

Tableau A1. Temps de rétention, facteurs de réponse, facteurs de réponse moyens et RSD en % pour les composés cibles de 0,02 à 15 ng/µL.

	Composé	Temps de rétention (min)	Niveau de concentration (ng/µL)										Moyenne	RSD en %
			1 (0,02)	2 (0,05)	3 (0,1)	4 (0,2)	5 (0,5)	6 (1)	7 (2,53)	8 (5)	9 (10)	10 (15,3)		
1	Isophorone	6,026	1,415	1,229	1,399	1,370	1,352	1,331	1,342	1,365	1,353	1,347	1,350	3,69
2	Dichlorvos	6,791	0,924	0,720	0,787	0,773	0,832	0,803	0,817	0,835	0,843	0,853	0,819	6,61
3	Hexachlorocyclopentadiène	7,572	0,308	0,335	0,287	0,345	0,353	0,357	0,372	0,382	0,390	0,396	0,352	9,99
4	EPTC	7,732	0,438	0,454	0,507	0,420	0,445	0,454	0,459	0,460	0,458	0,458	0,455	4,87
5	Mévinphos	8,417	0,829	0,674	0,851	0,778	0,822	0,792	0,830	0,836	0,850	0,850	0,811	6,68
6	Butylate	8,470	S.o.	0,750	0,680	0,676	0,666	0,684	0,661	0,666	0,652	0,657	0,677	4,32
7	Vernolate	8,690	S.o.	0,516	0,570	0,495	0,497	0,529	0,525	0,524	0,527	0,524	0,523	4,15
8	Phtalate de diméthyle	8,738	1,670	1,580	1,420	1,427	1,373	1,373	1,379	1,382	1,375	1,374	1,435	7,25
9	Étridiazole	8,775	0,259	0,214	0,170	0,199	0,180	0,189	0,188	0,201	0,206	0,209	0,202	12,05
10	2,6-dinitrotoluène	8,861	0,320	0,330	0,306	0,265	0,278	0,283	0,292	0,280	0,291	0,302	0,295	6,78
11	Pébulate	8,872	0,641	0,512	0,491	0,531	0,474	0,495	0,490	0,496	0,494	0,490	0,511	9,39
12	Acénaphtylène	9,005	1,999	1,850	1,952	1,933	1,879	1,951	1,923	1,948	1,928	1,932	1,930	2,13
13	Chloronèbe	9,481	0,473	0,474	0,528	0,554	0,513	0,506	0,483	0,505	0,503	0,502	0,504	4,86
14	2-chlorobiphényle (BZ n° 1)	9,546	1,299	1,116	1,117	1,084	1,093	1,092	1,088	1,093	1,094	1,083	1,116	5,86
15	Tébutiuron	9,776	0,492	0,474	0,531	0,454	0,499	0,496	0,511	0,493	0,515	0,531	0,499	4,76
16	2,4-dinitrotoluène	9,909	0,313	0,353	0,301	0,328	0,342	0,345	0,357	0,367	0,374	0,379	0,346	7,38
17	Molinate	10,107	0,813	0,671	0,765	0,667	0,643	0,662	0,670	0,667	0,656	0,656	0,687	8,09
18	Phtalate de diéthyle	10,717	1,771	1,466	1,465	1,492	1,367	1,370	1,359	1,325	1,314	1,295	1,423	9,87
19	Fluorène	10,915	1,471	1,507	1,419	1,407	1,367	1,298	1,335	1,341	1,336	1,326	1,381	4,94
20	Propachlore	11,038	0,946	0,774	0,766	0,667	0,737	0,688	0,681	0,687	0,676	0,687	0,731	11,59
21	Éthoprophos	11,492	S.o.	S.o.	0,214	0,270	0,212	0,229	0,233	0,235	0,233	0,239	0,233	7,70
22	Cycloate	11,535	1,043	1,288	1,105	1,006	0,998	0,999	1,020	1,017	0,996	1,000	1,047	8,69
23	Chlorprophame	11,819	0,499	0,445	0,390	0,430	0,383	0,398	0,400	0,407	0,402	0,414	0,417	8,21
24	Trifluraline	11,878	S.o.	0,257	0,291	0,248	0,237	0,250	0,251	0,256	0,268	0,271	0,259	6,13
25	Alpha-HCH	12,584	0,252	0,251	0,313	0,276	0,281	0,279	0,265	0,263	0,253	0,251	0,268	7,28
26	2,3-dichlorobiphényle (BZ n° 5)	12,653	0,864	0,956	0,883	0,852	0,819	0,800	0,794	0,790	0,777	0,769	0,830	7,05
27	Hexachlorobenzène	12,680	0,413	0,405	0,436	0,436	0,450	0,415	0,441	0,413	0,429	0,414	0,425	3,53
28	Atraton	13,038	S.o.	0,239	0,191	0,191	0,203	0,200	0,227	0,220	0,224	0,227	0,214	8,14
29	Simazine	13,231	0,147	0,153	0,146	0,138	0,143	0,136	0,150	0,150	0,152	0,153	0,147	4,12
30	Prométone	13,231	0,159	0,207	0,216	0,206	0,205	0,201	0,218	0,223	0,222	0,224	0,208	9,18
31	Bêta-HCH	13,364	0,193	0,121	0,131	0,113	0,117	0,120	0,129	0,131	0,133	0,131	0,132	17,04
32	Atrazine	13,381	0,270	0,223	0,219	0,209	0,209	0,221	0,237	0,233	0,233	0,237	0,229	7,73
33	Pentachlorophénol [†]	13,423	0,104	0,105	0,103	0,108	0,121	0,126	0,150	0,150	0,155	0,157	0,128	17,86
34	Propazine	13,493	0,214	0,182	0,187	0,187	0,196	0,196	0,218	0,222	0,220	0,217	0,204	7,72
35	Gamma-HCH	13,648	0,181	0,159	0,153	0,125	0,129	0,127	0,128	0,137	0,134	0,133	0,141	12,92
36	Pronamide	13,915	0,379	0,341	0,299	0,342	0,348	0,350	0,387	0,388	0,388	0,392	0,361	8,43
37	Chlorothalonil	14,140	0,247	0,223	0,255	0,235	0,239	0,258	0,279	0,282	0,292	0,290	0,260	9,35

38	Phénanthrène	14,151	1,183	1,220	1,165	1,137	1,130	1,094	1,108	1,146	1,120	1,117	1,142	3,33
39	Anthracène	14,338	1,257	1,121	1,220	1,162	1,134	1,124	1,133	1,162	1,147	1,143	1,160	3,82
40	Paraonon-méthyl	14,370	0,186	0,191	0,150	0,169	0,178	0,184	0,221	0,236	0,250	0,258	0,202	18,10
41	Terbacile	14,397	0,092	0,077	0,089	0,085	0,089	0,082	0,100	0,103	0,105	0,107	0,093	11,18
42	Delta-HCH	14,557	0,136	0,103	0,104	0,113	0,126	0,118	0,127	0,131	0,134	0,133	0,122	9,97
43	2,4,5-trichlorobiphényle	15,028	0,367	0,337	0,304	0,325	0,300	0,311	0,318	0,324	0,324	0,323	0,323	5,85
44	Alachlore	15,771	0,304	0,253	0,281	0,238	0,270	0,266	0,299	0,301	0,307	0,312	0,283	8,95
45	Simétryne	15,910	S.o.	0,303	0,324	0,308	0,308	0,309	0,329	0,333	0,330	0,333	0,320	3,88
46	Heptachlore	15,985	0,185	0,158	0,135	0,170	0,149	0,164	0,158	0,164	0,174	0,174	0,163	8,64
47	Amétryne	16,050	S.o.	0,245	0,236	0,221	0,236	0,235	0,258	0,257	0,263	0,259	0,246	5,90
48	Prométryne	16,151	0,278	0,297	0,186	0,189	0,216	0,212	0,223	0,225	0,227	0,227	0,228	15,34
49	Terbutryne	16,558	0,280	0,238	0,260	0,253	0,250	0,240	0,264	0,273	0,272	0,271	0,260	5,60
50	Bromacil	16,670	0,266	0,256	0,212	0,223	0,225	0,219	0,247	0,245	0,295	0,290	0,248	11,79
51	Phtalate de dibutyle	16,788	1,445	1,298	1,318	1,310	1,297	1,268	1,389	1,407	1,454	1,452	1,364	5,35
52	2,2',4,4'-tétrachlorobiphényle (BZ n° 47)	16,857	0,197	0,180	0,190	0,194	0,196	0,202	0,222	0,218	0,221	0,221	0,204	7,51
53	Métolachlore	16,996	0,568	0,493	0,520	0,523	0,545	0,549	0,593	0,627	0,631	0,636	0,568	8,99
54	Chlorpyrifos	17,071	0,196	0,158	0,161	0,139	0,155	0,148	0,168	0,173	0,176	0,177	0,165	9,91
55	Aldrine	17,135	S.o.	0,158	0,212	0,194	0,181	0,160	0,167	0,172	0,173	0,173	0,177	9,72
56	DCEPA	17,205	0,210	0,181	0,234	0,220	0,229	0,220	0,241	0,244	0,248	0,249	0,228	9,25
57	Cyanazine	17,237	0,064	0,054	0,044	0,052	0,048	0,049	0,060	0,058	0,061	0,060	0,055	12,17
58	Triadiméfon	17,435	0,187	0,176	0,176	0,135	0,151	0,157	0,166	0,174	0,171	0,173	0,167	9,02
59	Diphénamide	17,804	0,828	0,670	0,685	0,656	0,688	0,705	0,793	0,794	0,788	0,783	0,739	8,61
60	MGK-264a ⁺	17,857	S.o.	0,311	0,303	0,260	0,287	0,292	0,319	0,323	0,320	0,316	0,303	6,73
61	MGK-264b ⁺	18,264	S.o.	0,232	0,210	0,240	0,229	0,216	0,241	0,246	0,245	0,240	0,233	5,50
62	Heptachlore époxyde	18,392	S.o.	0,059	0,055	0,062	0,066	0,064	0,076	0,072	0,074	0,073	0,067	10,99
63	2,2',3',4,6-pentachlorobiphényle (BZ n° 98)	18,510	0,143	0,105	0,131	0,138	0,141	0,132	0,156	0,157	0,155	0,156	0,141	11,44
64	Gamma-chlordane	19,152	0,096	0,099	0,085	0,113	0,096	0,099	0,114	0,109	0,110	0,111	0,103	9,32
65	Tétrachlorvinphos	19,323	0,366	0,199	0,242	0,254	0,258	0,259	0,307	0,306	0,308	0,304	0,280	16,74
66	Butachlore	19,441	0,361	0,314	0,256	0,224	0,243	0,252	0,287	0,291	0,293	0,291	0,281	14,05
67	Pyrène	19,483	1,412	1,232	1,249	1,297	1,242	1,244	1,337	1,355	1,374	1,373	1,311	5,09
68	Alpha-chlordane	19,553	S.o.	0,083	0,069	0,075	0,086	0,076	0,090	0,090	0,090	0,090	0,083	9,67
69	Endosulfan	19,558	S.o.	S.o.	0,049	0,037	0,042	0,037	0,047	0,046	0,046	0,046	0,044	10,15
70	Trans-nonachlore	19,644	S.o.	0,088	0,091	0,096	0,100	0,097	0,112	0,112	0,115	0,116	0,103	10,47
71	Napropamide	19,836	0,538	0,529	0,537	0,496	0,546	0,542	0,622	0,611	0,608	0,609	0,564	7,86
72	Tricyclazole	20,045	0,180	0,227	0,213	0,194	0,235	0,238	0,279	0,282	0,284	0,278	0,241	15,91
73	4,4'-DDE	20,291	0,283	0,227	0,258	0,225	0,250	0,236	0,264	0,273	0,266	0,268	0,255	7,77
74	Dieldrine	20,409	S.o.	0,180	0,197	0,190	0,207	0,209	0,226	0,230	0,234	0,234	0,212	9,45
75	2,2',4,4',5,6'-hexachlorobiphényle (BZ n° 154)	20,462	0,185	0,138	0,131	0,154	0,148	0,148	0,158	0,157	0,159	0,156	0,153	9,45
76	Endrine	21,061	Régression linéaire											
77	Chlorobenzilate	21,350	0,275	0,260	0,279	0,317	0,307	0,287	0,340	0,340	0,349	0,352	0,310	10,94
78	4,4'-DDD	21,607	0,438	0,450	0,397	0,432	0,436	0,454	0,497	0,488	0,489	0,481	0,456	7,03
79	Endrine aldéhyde	21,869	S.o.	0,143	0,127	0,153	0,128	0,127	0,147	0,147	0,146	0,146	0,140	7,22
80	Norflurazone	22,484	0,271	0,214	0,250	0,248	0,238	0,258	0,276	0,282	0,289	0,288	0,261	9,25

81	Sulfate d'endosulfan	22,607	Régression linéaire											
			0,560	0,553	0,530	0,555	0,552	0,550	0,624	0,627	0,626	0,632	0,581	7,00
82	Phtalate de benzyle et de butyle	22,677	0,302	0,344	0,293	0,290	0,311	0,320	0,373	0,392	0,399	0,408	0,343	13,43
83	4,4'-DDT	22,778	0,480	0,658	0,536	0,546	0,591	0,593	0,651	0,662	0,656	0,663	0,604	10,81
84	Hexazinone	22,928	0,510	0,478	0,445	0,529	0,549	0,548	0,551	0,550	0,550	0,552	0,526	7,11
85	Adipate de bis(2-éthylhexyle)	23,308	0,081	0,070	0,096	0,105	0,097	0,104	0,111	0,105	0,105	0,105	0,098	13,08
86	2,2',3,3',4,4',6-heptachlorobiphényle (BZ n° 171)	24,238	S.o.	1,395	1,189	1,194	1,190	1,181	1,182	1,177	1,166	1,180	1,206	5,90
87	Chrysène	24,399	1,217	1,251	1,243	1,175	1,183	1,125	1,150	1,139	1,124	1,135	1,174	4,08
88	2,2',3,3',4,5',6,6'-octachlorobiphényle (BZ n° 200)	24,410	S.o.	0,120	0,144	0,117	0,131	0,125	0,131	0,124	0,123	0,124	0,126	6,37
89	Méthoxychlore	24,527	0,508	0,571	0,570	0,570	0,657	0,672	0,706	0,731	0,762	0,789	0,654	14,54
90	Phtalate de bis(2-éthylhexyle)	25,207	S.o.	1,013	0,866	0,840	0,875	0,848	0,875	0,870	0,868	0,886	0,882	5,79
91	Fénarimol	26,201	S.o.	0,204	0,160	0,165	0,170	0,179	0,177	0,181	0,183	0,182	0,178	7,07
92	Cis-perméthrine	27,309	0,425	0,456	0,369	0,402	0,427	0,396	0,419	0,428	0,432	0,438	0,419	5,87
93	Trans-perméthrine	27,533	0,933	0,902	0,843	0,924	0,959	0,946	0,965	0,961	0,965	0,988	0,938	4,42
94	Benzo[b]fluoranthène	28,250	0,909	1,024	1,045	1,099	1,137	1,109	1,165	1,137	1,141	1,148	1,091	7,19
95	Benzo[k]fluoranthène	28,352	1,336	1,166	1,084	1,199	1,149	1,142	1,184	1,160	1,153	1,163	1,174	5,49
96	Benzo[a]pyrène	29,320	1,069	1,113	1,014	1,085	1,047	1,081	1,114	1,101	1,107	1,112	1,084	3,06
97	Fluridone	29,598	0,365	0,345	0,441	0,488	0,473	0,496	0,539	0,547	0,556	0,570	0,482	16,21
98	Indéno[1,2,3-cd]pyrène	32,812	0,897	0,973	0,923	0,959	0,939	0,954	1,006	1,006	1,004	1,013	0,967	4,15
99	Dibenz[a,h]anthracène	32,951	0,866	0,949	0,885	0,931	0,967	0,984	1,025	1,023	1,020	1,031	0,968	6,18
100	Benzo[g,h,i]pérylène	33,524	0,833	0,911	1,075	1,075	1,009	1,025	1,053	1,043	1,033	1,033	1,009	7,67

† Niveaux de concentration du pentachlorophénol : 0,08, 0,2, 0,4, 0,8, 2, 4, 10, 20, 40 et 60 ng/µL

‡ Niveaux de concentration estimés de MGK-264a et b : 0,01, 0,03, 0,05, 0,1, 0,25, 0,5, 1,27, 2,5, 5 et 7,67 ng/µL

Tableau A2. Temps de rétention et concentrations calculées pour les composés cibles à l'aide d'une régression linéaire.

	Composé	Temps de rétention (min)	Niveau de concentration (ng/µL)											
			0,02	0,05	0,1	0,2	0,5	1	2,53	5	10	15,3		
76	Endrine	21,061	S.o.	S.o.	0,11	0,24	0,43	0,87	2,32	4,93	9,86	15,89	$y = 0,011191x - 6,052770 \times 10^{-4}$; pondération 1/x; $R^2 = 0,9976$	
81	Sulfate d'endosulfan	22,607	S.o.	0,05	0,11	0,16	0,52	0,92	2,59	5,06	10,06	15,23	$y = 0,013896x - 3,895983 \times 10^{-4}$; pondération 1/x; $R^2 = 0,9994$	

www.agilent.com/chem

Ces informations peuvent être modifiées sans préavis.

© Agilent Technologies, Inc. 2018
Imprimé aux États-Unis, le 28 août 2018
5994-0013FR