

Analisi di pesticidi organoclorurati tramite un sistema GC Agilent Intuvo 9000 / doppio ECD

Vantaggio tecnologico: modularità GC Flow-Chip per l'analisi a doppia colonna



Introduzione

La determinazione dei pesticidi organoclorurati viene spesso eseguita attenendosi ai protocolli del Contract Laboratory Program (CLP) dell'Environmental Protection Agency degli Stati Uniti¹. Il programma CLP mira a fornire sostegno ai laboratori che devono identificare e quantificare il livello di contaminazione ambientale. Si tratta di un aspetto importante al momento di stabilire gli interventi di risanamento da adottare per la bonifica di un sito contaminato. I pesticidi organoclorurati sono target comuni in quanto possono persistere nel suolo o nei sedimenti e compromettere le sorgenti d'acqua. I laboratori che adottano i protocolli CLP (metodo di test EPA SW-846 8081B²) per l'analisi dei pesticidi organoclorurati devono poter disporre di metodi di analisi efficaci e ad alta produttività, contenendo, al tempo stesso, al massimo i costi analitici. Il metodo qui presentato, redatto con parametri generali e non esclusivi, consente all'analista di scegliere prodotti di consumo e protocolli di calibrazione, ma specifica la conferma con doppia colonna associata a doppia rivelazione a cattura di elettroni (ECD). Il metodo specifica inoltre l'inerzia del sistema, misurata dalla degradazione di endrin e DDT.

Questa configurazione è supportata facilmente sul sistema GC Agilent Intuvo 9000 e offre ulteriori vantaggi. Ai fini dell'identificazione e della conferma in un'unica analisi nel rispetto dei limiti di degradazione, i Flow-Chip inerti modulari consentono una facile configurazione delle due colonne. Considerata la natura dei possibili campioni da analizzare (acqua, suolo e sedimenti), il Guard Chip può semplificare gli interventi di manutenzione. Se sostituito con regolarità, il Guard Chip protegge i componenti a valle dagli effetti della matrice, eliminando la necessità di accorciare la colonna. In questo modo i tempi di ritenzione non subiscono variazioni e si riduce il fermo macchina.

Per maggiori informazioni
visita il sito:
www.agilent.com

Condizioni sperimentali

Un sistema GC Intuvo è stato equipaggiato con due rivelatori ECD e configurato con uno splitter all'iniettore. Sono state utilizzate colonne Agilent CLP1 e CLP2 (123-8336-INT e 123-8232-INT). È stato impiegato uno standard di pesticidi CLP personalizzato diluito a 2 ppm a dimostrazione delle prestazioni cromatografiche. È stato utilizzato uno standard contenente endrin e DDT per verificare l'inerzia del sistema. In Tabella 1 sono riportate le condizioni strumentali.

Per far fronte a svariate esigenze, sono stati sviluppati due metodi. Il primo fornisce una risoluzione superiore ai requisiti con un tempo di analisi di 30 minuti. Il secondo ha come obiettivo la velocità, con un tempo di analisi di 11 minuti, ma potrebbe non soddisfare i requisiti di risoluzione, a seconda degli analiti scelti.

Risultati e discussione

È stato valutato uno standard contenente 20 pesticidi clorurati (Tabella 2) con i metodi da 30 minuti e da 11 minuti. Il metodo da 30 minuti ha fornito una risoluzione eccellente per i 20 pesticidi analizzati. Questo metodo ha prodotto una risoluzione ottimale, consentendo inoltre l'inclusione di un maggior numero di analiti (Figura 1).

Condizioni GC

Tabella 1. Parametri del sistema GC Agilent Intuvo 9000.

Parametro	Metodo da 30 minuti	Metodo da 11 minuti
Iniettore	240 °C	
Splitless pulsato	60 psi per 0,3 minuti, 75 mL/min a 0,5 minuti	
Colonna 1	Agilent DB-CLP 1 (30 m × 320 µm, 0,25 µm)	
Colonna 2	Agilent DB-CLP2 (30 m × 320 µm, 0,50 µm)	
Flusso in colonna	3 mL/min	3 mL/min
Forno	100 °C (1 minuto), 10 °C/min fino a 225 °C (8 minuti), 30 °C/min fino a 300 °C (5,25 minuti)	120 °C (0,2 minuti), 45 °C/min fino a 250 °C, 18 °C/min fino a 300 °C (5 minuti)
Guard Chip	Track Oven	
Bus	260 °C	
Rivelatori ECD	300 °C, flusso di make-up 30 mL/min	

Tabella 2. I 20 analiti di interesse, contenenti molti pesticidi clorurati.

Analita	Analita
1 α-BHC	11 4,4'-DDE
2 γ-BHC	12 Dieldrin
3 β-BHC	13 Endrin
4 Eptacloro	14 4,4-DDD
5 δ-BHC	15 Endosulfan II
6 Aldrin	16 4,4'-DDT
7 Epossido di eptacloro	17 Endrin-aldeide
8 γ-clordano	18 Endosulfan solfato
9 α-clordano	19 Metossicloro
10 Endosulfan I	20 Endrin-chetone

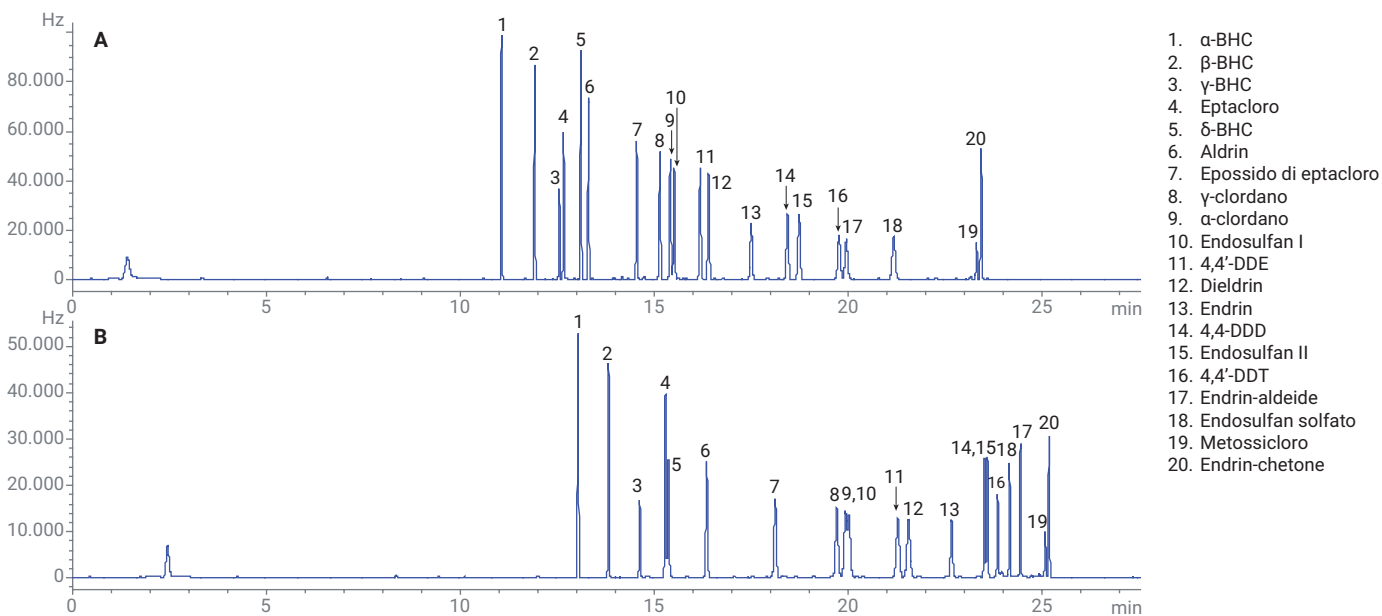


Figura 1. Le colonne Agilent DB-CLP1 (A) e DB-CLP2 (B) evidenziano un'eccellente separazione dei 20 analiti di interesse.

Il metodo da 30 minuti ha generato una degradazione di endrin e DDT pari rispettivamente a 7% e 2%. Secondo le specifiche del metodo EPA 8081B, la degradazione non deve superare il 15%; in caso contrario, sono necessari interventi di manutenzione o misure correttive.

Anche il metodo da 11 minuti ha prodotto un'eccellente risoluzione per i 20 pesticidi valutati, ma con una capacità di picco più bassa come conseguenza della maggiore velocità di programmazione della temperatura. Questo metodo, comunque, ha permesso di separare i 20 pesticidi in meno di nove minuti (Figura 2). Inoltre è stato possibile

ridurre ulteriormente il tempo di analisi aumentando a 6 mL/min la velocità di flusso in colonna.

Questo metodo ha generato una degradazione di endrin e DDT pari rispettivamente a 8% e 3%. Per questo metodo è stato anche condotto un test sulla robustezza monitorando la degradazione di endrin e DDT nell'arco di più iniezioni. Dopo 100 iniezioni, la degradazione dell'endrin ha raggiunto il 15% (limite del metodo). Il problema è stato risolto sostituendo il liner per iniettore; in seguito a questo intervento, la degradazione dell'endrin è ritornata a valori <5%.

Conclusione

Il sistema GC Agilent Intuvo 9000 mette a disposizione una soluzione semplice e immediata per la valutazione di pesticidi clorurati secondo le linee guida CLP. È stata ottenuta una risoluzione adeguata per i 20 analiti target sia con un metodo da 30 minuti sia con uno da 11 minuti. I livelli di degradazione di endrin e DDT sono risultati accettabili, a dimostrazione dell'inerzia del sistema. I livelli per l'endrin hanno raggiunto i limiti del metodo soltanto dopo 100 iniezioni, occasione in cui eseguendo la manutenzione dell'iniettore (sostituzione di setto e liner per iniettore) è stato possibile riportare la degradazione entro i limiti del metodo.

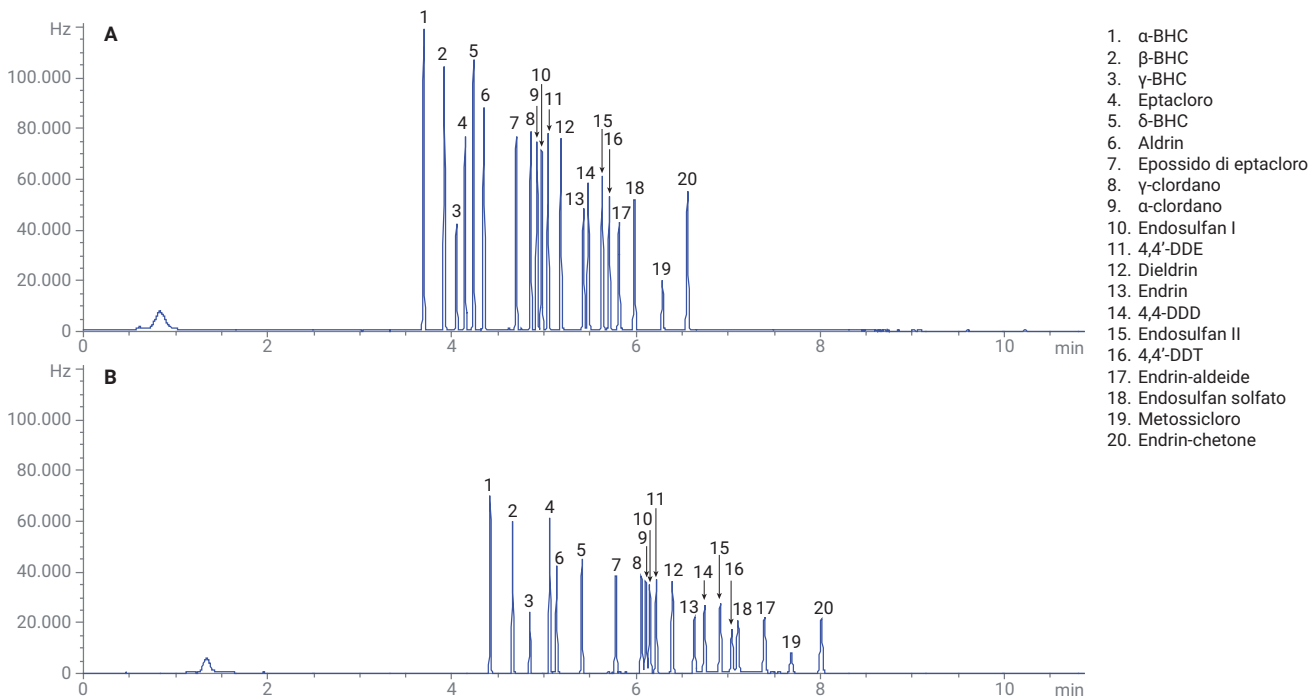


Figura 2. Le colonne Agilent DB-CLP1 (A) e DB-CLP2 (B) permettono di ottenere un'eccellente risoluzione in meno di nove minuti.

Bibliografia

1. Introduction to the Contract Laboratory Program, *EPA 540-R-07-02*, gennaio **2007**.
2. Organochlorine Pesticides by Gas Chromatography, *EPA Method 8081B*, febbraio **2007**.

www.agilent.com/chem/intuvo

Le informazioni fornite possono variare senza preavviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2018
Pubblicato negli Stati Uniti, 23 febbraio 2018
5991-9000ITE