

Analyse von Organochlorpestiziden mit einem Agilent Intuvo 9000 Dual-ECD GC-System

Vorteil durch Technologie: Modulare GC-Flow-Chips für die Zwei-Säulen-Analyse



Einführung

Die Messung von Organochlorpestiziden erfolgt oft gemäß Protokollen des Contract Laboratory Program (CLP) der US-amerikanischen Umweltschutzbehörde¹. Das CLP soll Labore bei der Identifizierung und Quantifizierung von Umweltkontaminanten unterstützen. Dies ist wichtig, da auf dieser Grundlage entschieden wird, welche Sanierungsmaßnahmen zur Reinigung von kontaminierten Standorten geeignet sind. Organochlorpestizide sind häufige Zielanalyten, da sie im Boden bzw. Sediment lange persistieren und Wasserquellen beeinträchtigen können. Labore, die für die Analyse von Organochlorpestiziden CLP-Protokolle (EPA SW-846 Test Method 8081B²) einsetzen, benötigen robuste Hochdurchsatz-Analysemethoden – bei gleichzeitiger Minimierung der Kosten für die Analytik. Die Methode sieht allgemeine und anbieterunabhängige Parameter vor und erlaubt die freie Wahl von Verbrauchsmaterialien und Kalibrierungsprotokollen. Sie sieht allerdings die Analyse mit zwei unterschiedlichen Säulen zur Bestätigung und zwei Elektroneneinfangdetektoren (ECD) vor. Zusätzlich wird ein Inertheitsgrad vorgegeben, der durch Messung der Endrin- und DDT-Zersetzung bestätigt werden muss.

Das Agilent Intuvo 9000 GC-System wird diesen Anforderungen mühelos gerecht und bietet weitere Vorteile. Die Identifizierung und Bestätigung können gleichzeitig in einem Analysenlauf erfolgen, wobei die Zersetzungsgrenzwerte eingehalten werden. Die modularen inerten Flow-Chips erlauben zudem eine unkomplizierte Konfiguration von zwei Säulen. Da als Proben Wasser über Bodenproben bis hin zu Sediment in Frage kommen, kann ein Guard Chip die Wartung vereinfachen. Bei regelmäßigem Ersatz schützt der Guard Chip die nachgeschalteten Komponenten vor Matrix und macht ein Beschneiden der Säule überflüssig. Daher bleiben die Retentionszeiten gleich und Ausfallzeiten können besser vermieden werden.

Weitere Informationen finden Sie unter:
www.agilent.com

Experimentelles

Ein Intuvo GC-System wurde mit zwei ECD-Detektoren ausgestattet und mit einem Einlass-Splitter konfiguriert. Es wurden die Agilent CLP1 (123-8336-INT) und CLP2 (123-8232-INT) Säulen benutzt. Die chromatographische Leistung wurde mit einem üblichen CLP-Pestizid-Standard nachgewiesen, der auf 2 ppm verdünnt wurde. Ein Standard mit Endrin und DDT diente zur Prüfung der Inertheit des Systems. In Tabelle 1 werden die Gerätebedingungen zusammengefasst.

Zur Erfüllung verschiedener Anforderungen wurden zwei Methoden entwickelt. Die erste Methode hat eine Analysendauer von 30 min und die Auflösung ist besser als benötigt. Die zweite Methode wurde auf Geschwindigkeit optimiert. Die Analysendauer beträgt 11 min, aber die Anforderungen an die Auflösung werden je nach gewünschtem Zielanalyt u. U. nicht erfüllt.

Ergebnisse und Diskussion

Ein Standard mit 20 chlorierten Pestiziden (Tab. 2) wurde sowohl mit der 30-Minuten- als auch mit der 11-Minuten-Methode analysiert. Die 30-Minuten-Methode lieferte eine hervorragende Auflösung aller 20 getesteten Pestizide. Diese Methode sorgte für eine optimale Auflösung und erlaubte die Berücksichtigung einer größeren Analytzahl (Abb. 1).

GC-Bedingungen

Tabelle 1: Parameter für das Agilent Intuvo 9000 GC-System.

Parameter	30-Minuten-Methode	11-Minuten-Methode
Einlass	240 °C	
Pulsed Splitless	60 psi über 0,3 min, 75 ml/min nach 0,5 min	
Säule 1	Agilent DB-CLP 1 (30 m × 320 µm, 0,25 µm)	
Säule 2	Agilent DB-CLP2 (30 m × 320 µm, 0,50 µm)	
Säulenflussrate	3 ml/min	3 ml/min
Ofen	100 °C (1 min), 10 °C/min bis 225 °C (8 min), 30 °C/min bis 300 °C (5,25 min)	120 °C (0,2 min), 45 °C/min bis 250 °C, 18 °C/min bis 300 °C (5 min)
Guard Chip	Option Ofentemperaturverfolgung	
Bus	260 °C	
ECD (beide)	300 °C, 30 ml/min Makeup-Gasfluss	

Tabelle 2: Die 20 Zielanalyten, darunter viele chlorierte Pestizide.

Analyt	Analyt
1 α-BHC	11 4,4'-DDE
2 γ-BHC	12 Dieldrin
3 β-BHC	13 Endrin
4 Heptachlor	14 4,4-DDD
5 δ-BHC	15 Endosulfan II
6 Aldrin	16 4,4'-DDT
7 Heptachlorepoxyd	17 Endrinaldehyd
8 γ-Chlordan	18 Endosulfansulfat
9 α-Chlordan	19 Methoxychlor
10 Endosulfan I	20 Endrinketon

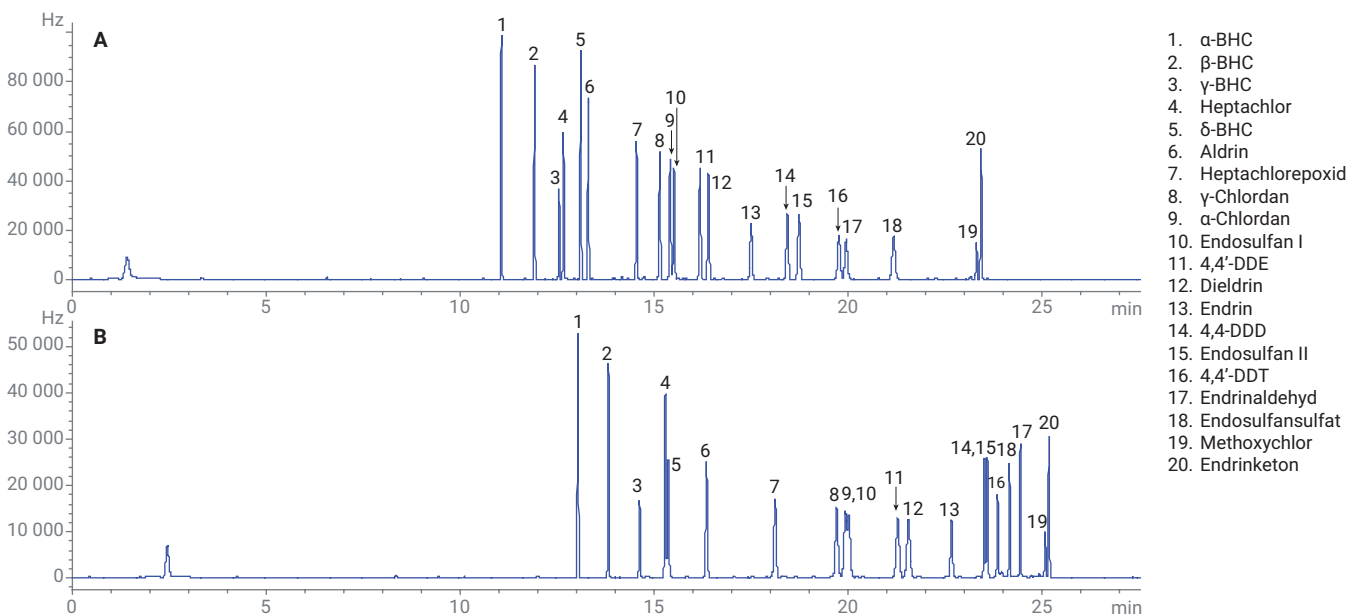


Abbildung 1: Die Trennung der 20 Zielanalyten war mit beiden Säulen – Agilent DB-CLP1 (A) und DB-CLP2 (B) – hervorragend.

Im Rahmen der 30-Minuten-Methode lag der Zersetzungsgrad von Endrin bei 7 % und der von DDT bei 2 %. EPA 8081B gibt vor, dass die Zersetzung 15 % nicht überschreiten darf, und bei einer Überschreitung dieses Werts muss eine Wartung bzw. eine Abhilfemaßnahme durchgeführt werden.

Auch bei der 11-Minuten-Methode war die Auflösung der 20 getesteten Pestizide hervorragend. Wegen der programmierten höheren Temperaturanstiegsrate war die Peakkapazität allerdings niedriger. Die 20 Pestizide konnten trotzdem in unter neun Minuten getrennt werden

(Abb. 2). Die Analysendauer konnte durch Erhöhung der Säulenflussrate auf 6 ml/min weiter verkürzt werden.

Bei dieser Methode lag der Zersetzungsgrad von Endrin bei 8 % und der von DDT bei 3 %. Diese Methode wurde außerdem einer Robustheitsprüfung unterzogen. Dazu wurde die Zersetzung von Endrin und DDT über Mehrfachinjektionen hinweg beobachtet. Die Zersetzung von Endrin erreichte nach 100 Injektionen 15 % (Grenzwert der Methode). Dies konnte durch einen Ersatz des Einlass-Liners korrigiert werden, und die Endrinzerersetzung ging auf einen Wert < 5 % zurück.

Abschließende Bemerkungen

Chlorierte Pestizide können mit dem Agilent Intuvo 9000 GC-System einfach und unkompliziert gemäß den CLP-Leitlinien analysiert werden. Sowohl mit der 30-Minuten- als auch der 11-Minuten-Methode war die Auflösung der 20 Zielanalyten ausreichend. Die Zersetzung von Endrin und DDT lag im akzeptablen Bereich, was die Inertheit des Systems beweist. Erst nach 100 Injektionen erreichte die Endrinzerersetzung die Grenzwerte der Methode. Nach Wartung des Einlasses (Ersatz von Einlass-Liner und Septum) lag der Zersetzungsgrad wieder innerhalb der akzeptablen Grenzwerte

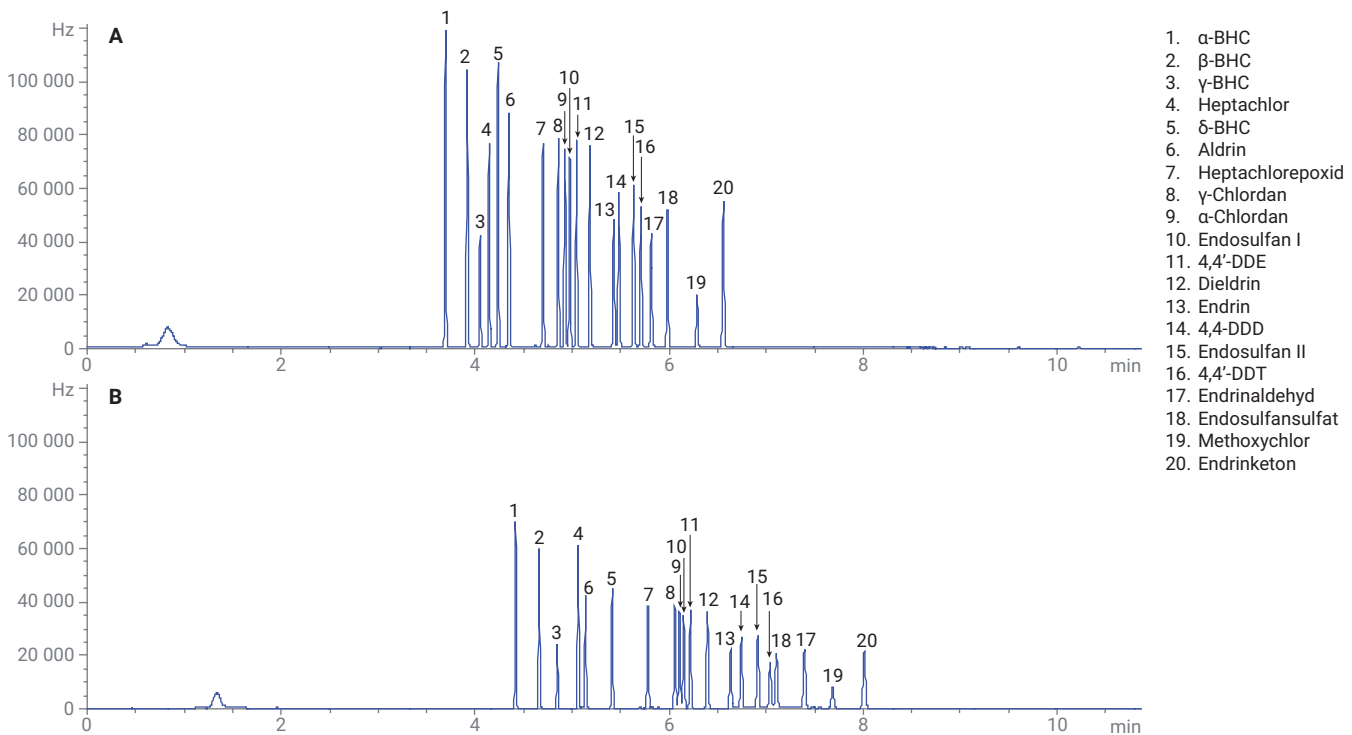


Abbildung 2: Mit den Agilent DB-CLP1 (A) und DB-CLP2 (B) Säulen konnte in unter neun Minuten eine hervorragende Auflösung erzielt werden.

der Methode.

Literatur

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

www.agilent.com/chem/intuvo

Änderungen vorbehalten.

© Agilent Technologies, Inc. 2018
Veröffentlicht in den USA, 23. Februar 2018
5991-9000DEE