

# Análisis de pesticidas organoclorados con un sistema GC Agilent Intuvo 9000 Dual ECD

Ventaja tecnológica: Modularidad del chip de flujo GC para el análisis de doble columna



## Introducción

Los pesticidas organoclorados se miden a menudo siguiendo los protocolos del programa de laboratorios de contrato (CLP) de la Agencia de Protección del Medio Ambiente de los Estados Unidos<sup>1</sup>. El CLP se ha diseñado para ayudar a los laboratorios a identificar y cuantificar la contaminación medioambiental. Esto es importante a la hora de determinar qué pasos de recuperación se deben seguir para limpiar un sitio contaminado. Los pesticidas organoclorados son dianas habituales porque pueden permanecer en el suelo o en los sedimentos y afectar a las fuentes de agua. Los laboratorios que siguen los protocolos del CLP (test de medidas 8081B de EPA SW-846<sup>2</sup>) para el análisis de pesticidas organoclorados necesitan métodos de análisis robustos y de alta productividad y al mismo tiempo reducir todo lo posible los costes analíticos. El método, escrito con parámetros generales y no exclusivos, permite que el analista seleccione los consumibles y los protocolos de calibración, pero especifica la confirmación de doble columna con detección de captura de electrones (ECD) doble. También especifica el carácter inerte, medido por la degradación de la endrina y el DDT.

El sistema GC Agilent Intuvo 9000 soporta sin problemas esta configuración con otras ventajas adicionales. Para permitir la identificación y confirmación en un único análisis y cumplir al mismo tiempo los límites de degradación, los chips de flujo Inert modulares permiten una sencilla configuración de dos columnas. Dada la naturaleza de las posibles muestras (de aguas a suelos y sedimentos), el Guard Chip puede simplificar el mantenimiento. Con el reemplazo periódico, el Guard Chip protege de la matriz a los componentes posteriores, eliminando la necesidad de cortar la columna. Esto deja inalterados los tiempos de retención y consigue un menor tiempo de inactividad.

Para obtener más información, visite:  
[www.agilent.com](http://www.agilent.com)

## Experimento

Se equipó un sistema GC Intuvo con dos detectores de ECD y se configuró con un divisor del inyector. Se usaron columnas Agilent CLP1 y CLP2 (123-8336-INT y 123-8232-INT). Se utilizó un patrón de pesticida CLP personalizado y diluido a 2 ppm para demostrar el rendimiento cromatográfico. Se utilizó un patrón con endrina y DDT para verificar el carácter inerte del sistema. En la Tabla 1 se indican las condiciones del instrumento.

Para satisfacer las diversas necesidades, se desarrollaron dos métodos. El primer método proporciona una resolución extraordinaria con un tiempo de análisis de 30 minutos. El segundo método tiene como objetivo la velocidad, con un tiempo de análisis de 11 minutos, pero puede que no cumpla los requisitos de resolución, dependiendo de los analitos elegidos.

## Resultados y comentarios

Se evaluó un patrón con 20 pesticidas clorados (Tabla 2) mediante los métodos de 30 y 11 minutos. El método de 30 minutos proporcionó una resolución excelente para los 20 pesticidas evaluados. Este método produjo una resolución óptima y permitió incluir un mayor número de analitos (Figura 1).

## Condiciones del sistema GC

Tabla 1. Parámetros del sistema GC Agilent Intuvo 9000.

Parámetro	Método de 30 minutos	Método de 11 minutos
Inyector	240 °C	
Splitless pulsada	60 psi durante 0,3 minutos, 75 ml/min a los 0,5 minutos	
Columna 1	Agilent DB-CLP 1 (30 m × 320 µm, 0,25 µm)	
Columna 2	Agilent DB-CLP2 (30 m × 320 µm, 0,50 µm)	
Flujo de columna	3 ml/min	3 ml/min
Horno	100 °C (1 minuto), 10 °C/min hasta 225 °C (8 minutos), 30 °C/min hasta 300 °C (5,25 minutos)	120 °C (0,2 minutos), 45 °C/min hasta 250 °C, 18 °C/min hasta 300 °C (5 minutos)
Guard Chip	Horno termostatzado	
Bus	260 °C	
ECD	300 °C, 30 ml/min de flujo auxiliar	

Tabla 2. Los 20 analitos de interés, que contienen muchos pesticidas clorados.

Analito	Analito
1 α-BHC	11 4,4'-DDE
2 γ-BHC	12 Dieldrina
3 β-BHC	13 Endrina
4 Heptacloro	14 4,4-DDD
5 δ-BHC	15 Endosulfano II
6 Aldrina	16 4,4'-DDT
7 Epóxido de heptacloro	17 Aldehído de endrina
8 γ-clordano	18 Sulfato de endosulfán
9 α-clordano	19 Metoxicloro
10 Endosulfano I	20 Endrina cetona

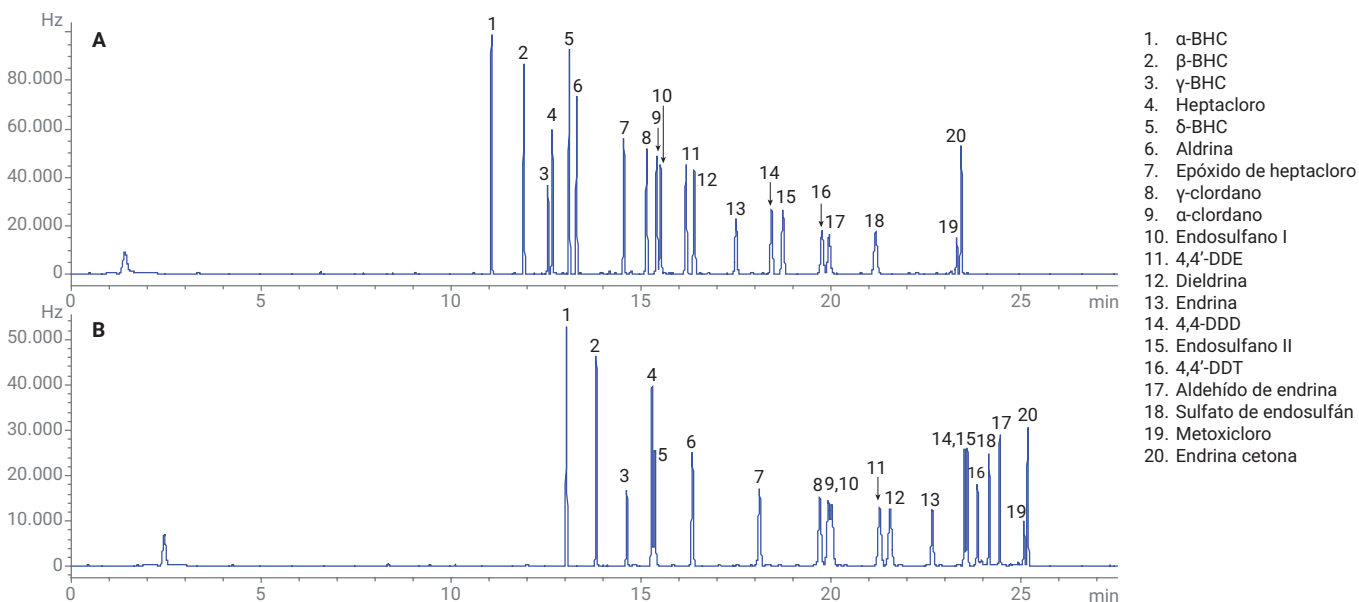


Figura 1. Las columnas Agilent DB-CLP1 (A) y DB-CLP2 (B) muestran una separación excelente para los 20 analitos de interés.

El método de 30 minutos produjo una degradación de endrina del 7 % y una degradación de DDT del 2 %. El método 8081B de la EPA especifica que la degradación no debe superar el 15 %; si se da el caso, es preciso realizar mantenimiento o una medida correctiva.

El método de 11 minutos también produjo una resolución excelente para los 20 pesticidas evaluados, pero tuvo una menor capacidad de picos como resultado del aumento de la velocidad de programación de temperatura. Sin embargo, sí produjo la separación de los 20 pesticidas en menos de nueve

minutos (Figura 2). El tiempo de análisis podría acortarse aún más aumentando la velocidad de flujo en columna a 6 ml/min.

Este método produjo una degradación de endrina del 8 % y una degradación de DDT del 3 %. También se realizó una prueba de robustez con este método mediante la monitorización de la endrina y el DDT en varias inyecciones. La degradación de la endrina alcanzó el 15 % (límite del método) después de 100 inyecciones. Esto se solucionó sustituyendo el liner de inyección; la degradación de la endrina volvió a continuación a <5 %.

## Conclusión

El sistema GC Agilent Intuvo 9000 ofrece una forma sencilla y directa de evaluar los pesticidas clorados de acuerdo con las directrices del CLP. Se logró una resolución adecuada para los 20 analitos diana con un método tanto de 30 minutos como de 11. La endrina y el DDT produjeron niveles de degradación aceptables, lo que demuestra el carácter inerte del sistema. Los niveles de endrina solo alcanzaron los límites del método después de 100 inyecciones, cuando se realizó el mantenimiento del inyector (se reemplazaron el liner de inyección y el séptum), con lo que la degradación volvió a estar dentro de los límites del método.

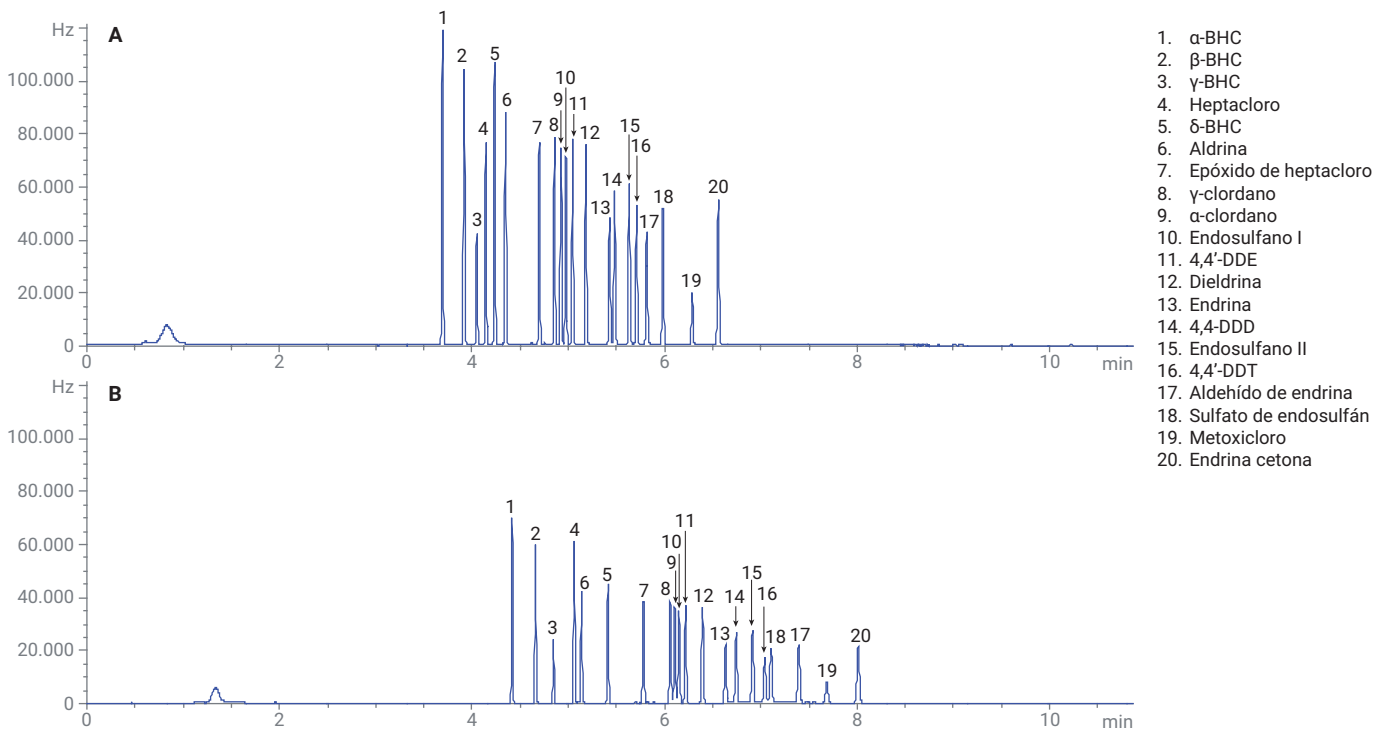


Figura 2. Las columnas Agilent DB-CLP1 (A) y DB-CLP2 (B) consiguen una resolución excelente en menos de nueve minutos.

## Referencias

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

[www.agilent.com/chem/intuvo](http://www.agilent.com/chem/intuvo)

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2018  
Publicado en EE. UU., 23 de febrero de 2018  
5991-9000ES

