

# Analyse des pesticides organochlorés avec le système de GC Agilent Intuvo 9000 à double ECD

Avantage technologique : Modularité du Flow Chip du GC pour les analyses sur double colonne



## Introduction

Les pesticides organochlorés sont couramment mesurés en suivant les protocoles du Contract Laboratory Program (CLP) de l'Agence de protection de l'environnement des États-Unis<sup>1</sup>. Le CLP est conçu pour assister les laboratoires dans l'identification et la quantification des contaminations environnementales. Celui-ci est important pour la détermination des mesures correctives à entreprendre pour nettoyer un site contaminé. Les pesticides organochlorés sont des cibles fréquentes, car ils peuvent persister dans le sol ou les sédiments et affecter les ressources en eau. Les laboratoires qui suivent les protocoles du CLP (Méthode de test 8081B de l'EPA SW-846<sup>2</sup>) pour l'analyse des pesticides organochlorés ont besoin de méthodes robustes, avec une grande cadence analytique et des coûts d'analyse faibles. La méthode, qui a été rédigée avec des paramètres généraux et non exclusifs, permet à l'analyste de choisir les consommables et les protocoles d'étalonnage, mais spécifie une confirmation par double colonne, avec détecteur à capture d'électron (ECD). Elle spécifie également de mesurer l'inertie par dégradation de l'endrine et du DDT.

Cette configuration est aisément supportée par le système de GC Agilent Intuvo 9000, auquel s'ajoutent quelques avantages. Afin de permettre une identification et une confirmation en une seule analyse quand les limites de dégradation sont atteintes, le Flow Chip inerte et modulaire permet une configuration aisée des deux colonnes. Étant donné la nature des échantillons potentiels (de l'eau au sol et sédiments), la puce Guard Chip peut simplifier la maintenance. Remplacée régulièrement, la puce Guard Chip protège les composants en aval de la matrice, en éliminant le besoin de raccourcir la colonne. Cela ne modifie pas les temps de rétention et permet de diminuer les temps d'indisponibilité.

Pour plus d'informations,  
rendez-vous sur :  
[www.agilent.com](http://www.agilent.com)

## Données expérimentales

Un système de GC Intuvo a été équipé de deux détecteurs ECD et configuré avec un diviseur d'injecteur. Les colonnes CPL1 et CPL2 Agilent (123-8336-INT et 123-8232-INT) ont été utilisées. La performance chromatographique a été démontrée à l'aide d'un étalon de pesticide CLP sur mesure, dilué à 2 ppm. L'inertie du système a été vérifiée avec un étalon contenant de l'endrine et du DDT. Les paramètres instrumentaux sont indiqués dans le Tableau 1.

Deux méthodes ont été développées, afin de satisfaire différents besoins. La première méthode apporte une résolution supplémentaire avec un temps d'analyse de 30 minutes. La seconde méthode cible la rapidité, avec un temps d'analyse de 11 minutes, mais peut ne pas répondre aux exigences en matière de résolution selon les composés choisis.

## Résultats et discussion

Un étalon contenant 20 pesticides chlorés (Tableau 2) a été évalué avec les méthodes de 30 minutes et de 11 minutes. La méthode de 30 minutes a fourni une excellente résolution pour les 20 pesticides évalués. Une résolution optimale a été atteinte avec cette méthode, ce qui a permis d'inclure un plus grand nombre de composés (Figure 1).

## Conditions GC

Tableau 1 : Paramètres du GC Intuvo 9000 d'Agilent.

Paramètre	Gradient 30 minutes	Gradient 11 minutes
Injecteur	240 °C	
Splitless pulsé	60 psi à 0,3 minute, 75 mL/min à 0,5 minute	
Colonne 1	Agilent DB-CLP 1 (30 m × 320 µm, 0,25 µm)	
Colonne 2	Agilent DB-CLP2 (30 m × 320 µm, 0,50 µm)	
Débit de la colonne	3 mL/min	3 mL/min
Four	100 °C (1 minute), 10 °C/min jusqu'à 225 °C (8 minutes), 30 °C/min jusqu'à 300 °C (5,25 minutes)	120 °C (0,2 minute), 45 °C/min jusqu'à 250 °C, 18 °C/min jusqu'à 300 °C (5 minutes)
Guard Chip	Suivi du four	
Bus	260 °C	
ECD	Débit optionnel de 30 mL/min à 300 °C	

Tableau 2 : Les 20 composés recherchés contenant des pesticides chlorés.

Composé	Composé
1 α-BHC	11 4,4'-DDE
2 γ-BHC	12 Dieldrine
3 β-BHC	13 Endrine
4 Heptachlore	14 4,4-DDD
5 δ-BHC	15 Endosulfane II
6 Aldrine	16 4,4'-DDT
7 Époxyde d'heptachlore	17 Endrine aldéhyde
8 γ-chlordane	18 Endosulfane sulfate
9 α-chlordane	19 Méthoxychlore
10 Endosulfane I	20 Endrine cétone

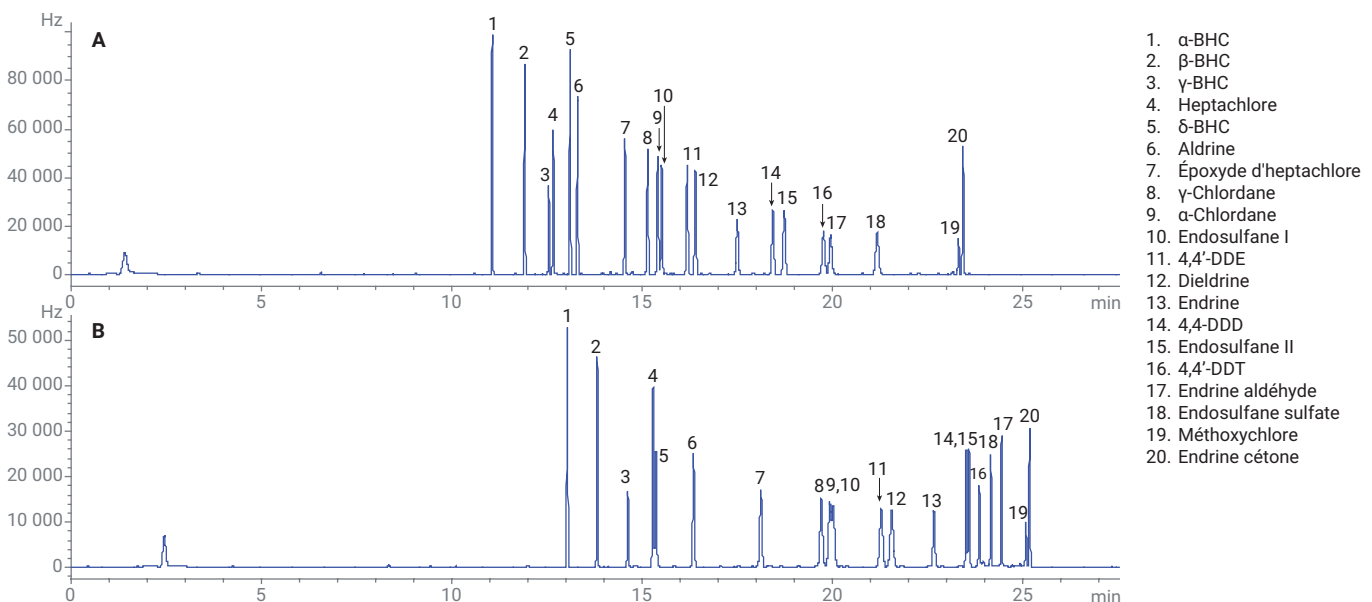


Figure 1 : Les colonnes Agilent DB-CLP1 (A) et DB-CLP2 (B) produisent une excellente séparation pour les 20 composés recherchés.

Une dégradation de 7 % pour l'endrine et une dégradation de 2 % pour le DDT ont été observées pour la méthode de 30 minutes. La méthode 8081B de l'EPA spécifie que la dégradation ne doit pas dépasser 15 %, et qu'une action de maintenance ou de correction doit être faite dans le cas contraire.

La méthode de 11 minutes a également permis d'obtenir une excellente résolution pour les 20 pesticides évalués, mais la capacité des pics était plus basse, suite à l'augmentation de la température programmée. Cependant, cette méthode a permis de séparer les 20 pesticides en moins de neuf minutes

(Figure 2). Le temps d'analyse pourrait encore être raccourci en augmentant le débit de la colonne à 6 mL/min.

Une dégradation de 8 % pour l'endrine et une dégradation de 3 % pour le DDT ont été observées pour cette méthode. Un test de robustesse a également été réalisé avec cette méthode en observant la dégradation de l'endrine et du DDT lors d'injections multiples. La dégradation de l'endrine a atteint 15 % (limite de la méthode) au bout de 100 injections. Ceci a été corrigé en remplaçant l'insert d'injection; la dégradation de l'endrine est alors redescendue à 5 %.

## Conclusion

Le système de GC Intuvo 9000 d'Agilent fournit un moyen simple et direct d'évaluer les pesticides chlorés en suivant les directives du CLP. Une résolution adéquate a été atteinte pour les 20 composés recherchés, aussi bien avec la méthode de 30 minutes qu'avec celle de 11 minutes. L'endrine et le DDT ont atteint des niveaux de dégradation acceptables, ce qui montre l'inertie du système. Les niveaux d'endrine ont seulement atteint les limites de la méthode après 100 injections, et lorsque la maintenance de l'injecteur a été réalisée (remplacement de l'insert et du septum d'injection), la dégradation est revenue dans les limites de la méthode.

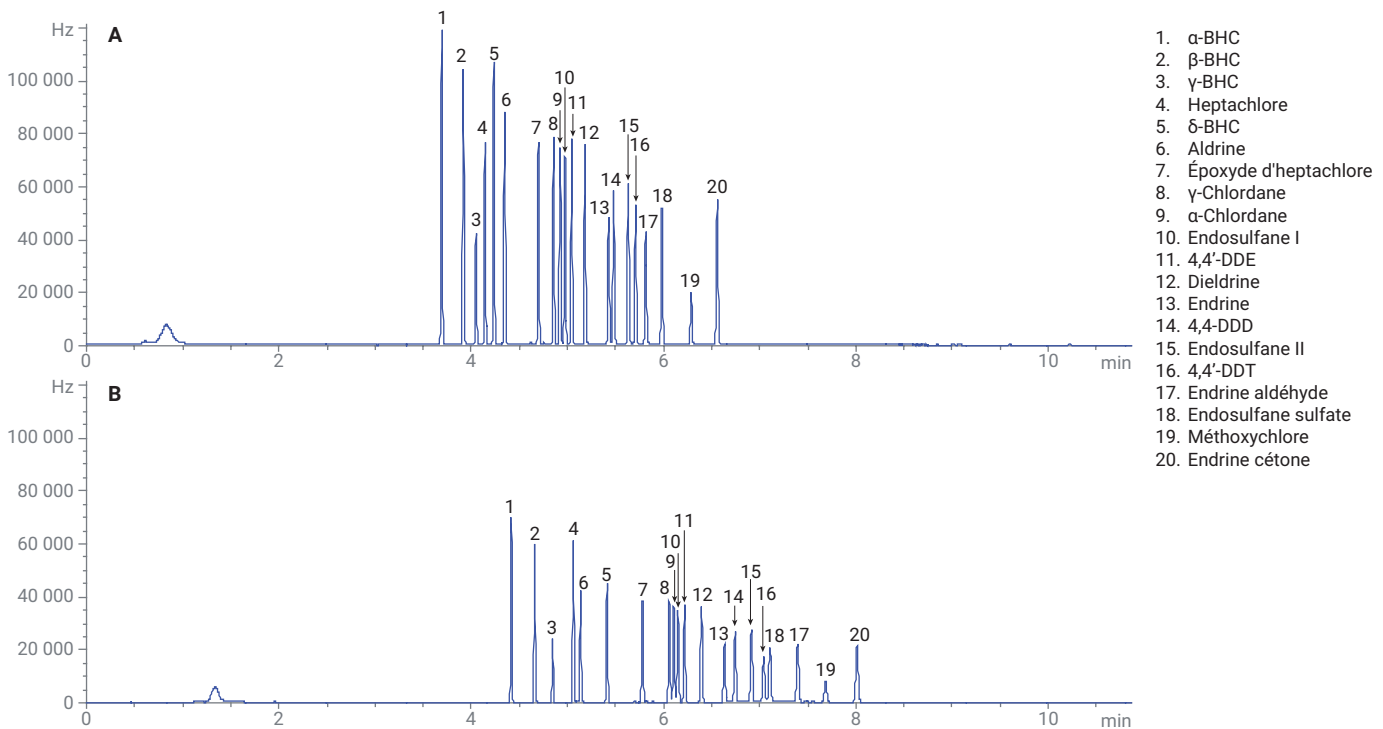


Figure 2 : Les colonnes Agilent DB-CLP1 (A) et DB-CLP2 (B) montrent une excellente résolution en dessous des neuf minutes.

## Références

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)

Ces informations peuvent être modifiées sans préavis.

© Agilent Technologies, Inc. 2018  
Publié aux États-Unis, le 23 février 2018  
5991-9000FR