

Análise de pesticidas organoclorados usando um sistema GC Agilent 9000 Intuvo com ECD duplo

Vantagem tecnológica: Modularidade do chip de fluxo do GC para análise de coluna dupla



Introdução

Pesticidas organoclorados são frequentemente medidos seguindo protocolos do programa de convênio entre laboratórios (CLP) da Agência de Proteção Ambiental dos Estados Unidos¹. O CLP foi projetado para apoiar laboratórios que identificam e quantificam a contaminação ambiental. Isso é importante ao determinar quais etapas de correção devem ser realizadas para limpar um local contaminado. Os pesticidas organoclorados são alvos comuns porque podem permanecer no solo ou nos sedimentos e afetar as fontes de água. Os laboratórios que seguem os protocolos do CLP (Método de Teste EPA SW-846 8081B²) para análise de pesticidas organoclorados requerem métodos de análise robustos e com alta produtividade, enquanto minimizam os custos analíticos. O método, escrito com parâmetros gerais e não exclusivos, permite ao analista escolher consumíveis e protocolos de calibração, mas especifica a confirmação de coluna dupla com detector de captura de elétrons (ECD) duplo. Também especifica a inércia, medida pela degradação do endrin e do DDT.

Essa configuração é facilmente suportada no sistema GC Agilent 9000 Intuvo com benefícios adicionais. Para permitir a identificação e confirmação em uma única corrida, enquanto atende aos limites de degradação, os chips modulares de fluxo inerte permitem a fácil configuração de duas colunas. Dada a natureza das amostras potenciais (água para solo e sedimentos), o Guard Chip pode simplificar a manutenção. Com uma substituição regular, o Guard Chip protege os componentes a jusante da matriz, eliminando a necessidade de desbastar a coluna. Isso deixa os tempos de retenção inalterados e resulta em menos tempo de inatividade.

Para obter mais informações,
acesse:
www.agilent.com

Parte experimental

Um sistema GC Intuvo foi equipado com detectores de ECD duplos e configurado com um divisor de injetor. Foram usadas as colunas Agilent CLP1 e CLP2 (123-8336-INT e 123-8232-INT). Um padrão de pesticida CLP personalizado diluído a 2 ppm foi usado para demonstrar o desempenho cromatográfico. Um padrão contendo endrin e DDT foi usado para verificar a inércia do sistema. A Tabela 1 mostra as condições do instrumento.

Para atender às várias necessidades, foram desenvolvidos dois métodos. O primeiro método fornece excesso de resolução em um tempo de corrida de 30 minutos. O segundo método é direcionado para velocidade, com um tempo de corrida de 11 minutos, mas pode não atender aos requisitos de resolução, dependendo dos analitos escolhidos.

Resultados e discussão

Um padrão contendo 20 pesticidas clorados (Tabela 2) foi avaliado com os métodos de 30 e de 11 minutos. O método de 30 minutos forneceu uma excelente resolução para os 20 pesticidas avaliados. Esse método obteve uma resolução ótima e permitiu que um maior número de analitos fosse incluído (Figura 1).

Condições do GC

Tabela 1. Parâmetros do sistema GC Agilent 9000 Intuvo.

Parâmetro	Método de 30 minutos	Método de 11 minutos
Injetor	240 °C	
Splitless pulsado	60 psi por 0,3 minutos, 75 mL/min em 0,5 minutos	
Coluna 1	Agilent DB-CLP 1 (30 m × 320 µm, 0,25 µm)	
Coluna 2	Agilent DB-CLP2 (30 m × 320 µm, 0,50 µm)	
Vazão da coluna	3 mL/min	3 mL/min
Forno	100 °C (1 minuto), 10 °C/min até 225 °C (8 minutos), 30 °C/min até 300 °C (5,25 minutos)	120 °C (0,2 minutos), 45 °C/min até 250 °C, 18 °C/min até 300 °C (5 minutos)
Guard Chip	Rastreamento do forno	
Barramento	260 °C	
ECDs	300 °C, fluxo de makeup de 30 mL/min	

Tabela 2. Os 20 analitos de interesse, contendo muitos pesticidas clorados.

Analito	Analito
1 α-BHC	11 4,4'-DDE
2 γ-BHC	12 Dieldrin
3 β-BHC	13 Endrin
4 Heptacloro	14 4,4-DDD
5 δ-BHC	15 Endosulfan II
6 Aldrina	16 4,4'-DDT
7 Heptacloro epóxido	17 Endrin aldeído
8 γ-Clordano	18 Sulfato de endosulfan
9 α-Clordano	19 Metoxicloro
10 Endosulfan I	20 Endrin cetona

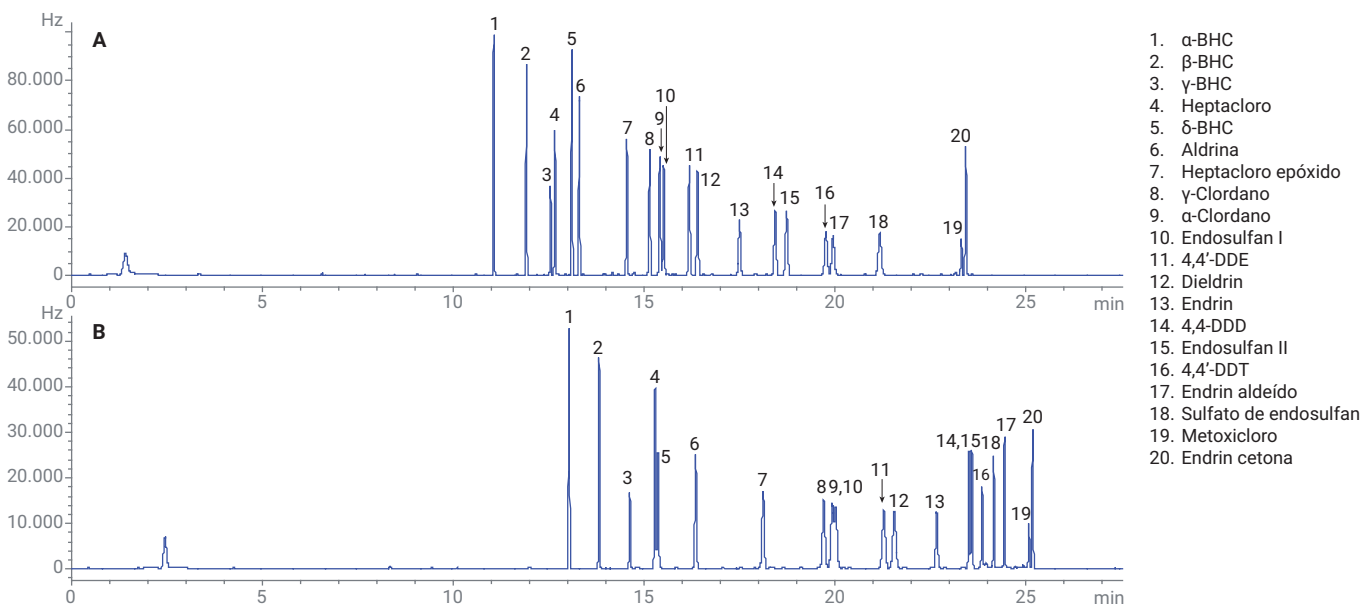


Figura 1. As colunas Agilent DB-CLP1 (A) e DB-CLP2 (B) mostram uma excelente separação para os 20 analitos de interesse.

O método de 30 minutos resultou em uma quebra do endrin de 7% e uma quebra do DDT de 2%. A EPA 8081B especifica que a degradação não deve exceder 15%. Caso isso aconteça, deve ocorrer uma manutenção ou ação corretiva.

O método de 11 minutos também produziu uma excelente resolução para os 20 pesticidas avaliados, mas teve uma capacidade de pico menor como resultado da taxa de programação de temperatura aumentada. No entanto, produziu a separação dos 20 pesticidas em menos de nove minutos (Figura 2). O tempo de corrida pode ser ainda mais reduzido, aumentando a vazão da coluna para 6 mL/min.

Esse método resultou em uma quebra do endrin de 8% e do DDT de 3%. Também foi realizado um teste de robustez com este método, monitorando a quebra do endrin e do DDT em injeções múltiplas. A quebra do endrin atingiu 15% (limite do método) após 100 injeções. Isto foi corrigido substituindo o liner do injetor e a quebra do endrin retornou então a <5%.

Conclusão

O sistema GC Agilent 9000 Intuvo fornece uma maneira simples e direta de avaliar os pesticidas clorados de acordo com as diretrizes do CLP. A resolução adequada para os 20 analitos alvo foi alcançada com os métodos de 30 e de 11 minutos. O endrin e o DDT produziram níveis de degradação aceitáveis, demonstrando a inércia do sistema. Os níveis de endrin somente atingiram os limites do método após 100 injeções, quando a manutenção do injetor foi realizada (substituição do liner do injetor e do septo), trazendo novamente a degradação para dentro dos limites do método.

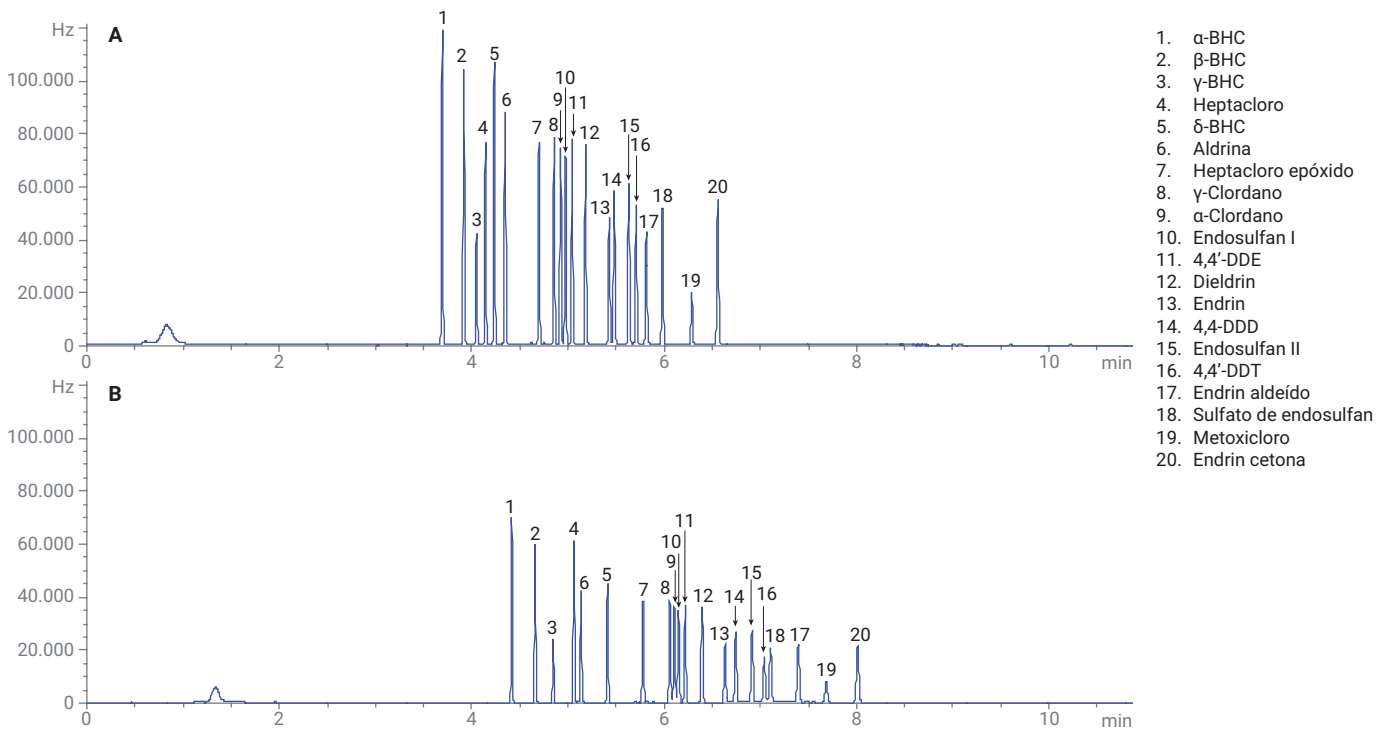


Figura 2. As colunas Agilent DB-CLP1 (A) e DB-CLP2 (B) alcançam uma excelente resolução em menos de nove minutos.

Referências

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

www.agilent.com/chem/intuvo

Estas informações estão sujeitas a alterações sem aviso prévio.

© Agilent Technologies, Inc., 2018
Publicado nos EUA, 23 de fevereiro de 2018
5991-9000PTBR

