

# Détermination des composés organiques volatils dans le sol et les sédiments

Utilisation d'une plate-forme constituée d'un échantillonneur d'espace de tête Agilent 7697A, d'un GC 8890 et d'un GC/MSD 5977B

## Auteur

Zhang Jie  
Agilent Technologies Co. Ltd  
Shanghai

## Résumé

La détection précise des composés organiques volatils (COV) dans le sol et les sédiments contaminés revêt une importance particulière. Le ministère chinois de la Protection de l'environnement a publié la norme HJ642-2013, spécifiant une méthode d'espace de tête (headspace) par GC/MS pour l'analyse des COV dans le sol et les sédiments. Dans cette note d'application, la méthode chinoise HJ642-2013 a été suivie et a permis de démontrer les performances instrumentales excellentes d'une plate-forme combinant l'échantillonneur d'espace de tête Agilent 7697A, le GC 8890 et le MSD 5977B pour l'analyse ciblée.

## Introduction

Les COV sont des composés dont le point d'ébullition est compris entre 50 et 260 °C à la pression atmosphérique. Ils sont utilisés dans de nombreux secteurs d'activité comme solvants ou intermédiaires chimiques. Les COV tels que le trichloroéthylène et le toluène représentent souvent un enjeu majeur dans les sites de gestion des déchets dangereux contenant des sols et des sédiments contaminés. Puisque l'assainissement de ces sites est coûteux, les décisions relatives à la contamination et au nettoyage doivent être fondées sur des mesures précises des COV.

Les méthodes d'espace de tête et de purge & trap sont utilisées pour l'analyse des COV dans le sol et les sédiments. Le choix de la méthode dépend de la concentration des échantillons. La méthode d'espace de tête est simple d'utilisation et garantit une bonne reproductibilité. Elle est compatible avec l'utilisation d'un passeur automatique d'échantillons et entraîne peu d'effet mémoire.

La méthode US EPA 5021<sup>1</sup> contient des recommandations pour la préparation des COV dans le sol et les sédiments à l'aide d'une méthode à espace de tête. La chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie de masse (GC/MS) peut être utilisée pour analyser l'échantillon préparé, comme indiqué dans la méthode EPA 8260. La méthode HJ642-2013<sup>2</sup> est une norme utilisée par le ministère chinois de la Protection de l'environnement pour la détermination de 36 COV dans le sol et les sédiments par espace de tête GC/MS. La méthode HJ 741-2015<sup>3</sup> préconise également l'utilisation de la technique d'espace de tête comme méthode de préparation des échantillons. Les méthodes EPA et les méthodes chinoises requièrent toutes une préparation d'échantillons efficace et une plate-forme d'instrumentation fiable pour réaliser l'analyse ciblée.

La source à haute efficacité d'ionisation (HES) est une source d'ionisation innovante qui améliore le rendement du courant ionique et abaisse la limite de détection<sup>4</sup>. Dans cette note d'application, une nouvelle plate-forme associant un échantillonneur d'espace de tête 7697A avec un GC 8890 et un GC/MSD Agilent 5977B équipé d'une source HES a été utilisée pour l'analyse de COV dans des échantillons de sable de quartz propre et dans des échantillons de sol dopés en suivant la méthode HJ642-2013. La linéarité, la reproductibilité, les limites de détection (LOD), les limites de quantification (LOQ) pour les 36 COV cibles et l'exactitude de la méthode ont été évaluées pour démontrer les capacités analytiques de ce nouveau système.

## Données expérimentales

### Produits chimiques et étalons

**Solution mère :** une solution mère d'un mélange de 36 COV à 1 000 mg/L a été préparée dans le méthanol. Une solution mère d'étalons internes a été préparée à une concentration de 2 000 mg/L dans le méthanol. Les étalons internes étaient le fluorobenzène, le chlorobenzène- $d_5$  et le 1,2-dichlorobenzène- $d_4$ . Des substituts d'étalon ont été préparés à une concentration de 2 000 mg/L dans le méthanol ; le toluène- $d_8$  et le 4-bromofluorobenzène ont été utilisés comme substituts.

**Modificateur de matrice :** le pH de 500 mL d'eau exempte de composés organiques a été ajusté à un pH  $\leq 2$  en ajoutant des gouttes d'acide phosphorique et la solution a été saturée avec du chlorure de sodium de qualité analytique.

**Solution de travail :** la solution mère de 36 COV et la solution mère de substituts ont été diluées avec du méthanol pour obtenir des solutions de travail à 10 et 1 mg/L. La solution mère d'étalons internes a été diluée à 100 et 10 mg/L avec du méthanol.

### Préparation des mélanges étalon :

10 mL de modificateur de matrice et 2 g de sable de quartz ont été ajoutés à un flacon d'échantillonnage pour espace de tête de 20 mL. Des aliquotes des solutions de travail du mélange de 36 COV et de substituts (10 mg/mL) et des étalons internes ont été rapidement ajoutées dans la solution de modificateur. Les flacons ont été fermés hermétiquement immédiatement après l'ajout. Les mélanges étalon finaux ont été préparés à 2, 5, 10, 20, 50 et 100  $\mu\text{g/L}$  et les étalons internes étaient à 50  $\mu\text{g/L}$  pour tous les niveaux de concentration.

Afin de réaliser un test d'échantillons à basse concentration, les mélanges étalon dans 10 mL de modificateur ont été préparés à 0,05, 0,1, 0,2, 0,5, 1, 2 et 5  $\mu\text{g/L}$  avec des étalons internes à 5  $\mu\text{g/L}$ .

### Instruments et conditions analytiques

Le GC 8890 était équipé d'un injecteur split/splitless L'échantillonneur d'espace de tête 7697A à 111 flacons a été utilisé pour l'injection de gaz provenant de l'espace de tête du flacon incubé dans le GC. Un raccord de transfert à travers un septum d'injection a été utilisé pour l'introduction du gaz dans l'injecteur. Le GC/MSD Agilent 5977B HES a été utilisé pour la génération, le balayage et la détection des ions.

Le logiciel d'acquisition Agilent MassHunter version 10.0 a été utilisé pour la collecte des données. Les logiciels MassHunter Qualitative Analysis version B.08.00 et MassHunter Quantitative Analysis version B.08.00 ont été utilisés pour le traitement des données. Les conditions analytiques sont indiquées dans le Tableau 1.

## Résultats et discussion

D'après la méthode HJ642-2013, les performances du MSD doivent être vérifiées quotidiennement afin de garantir la validité et la fiabilité des données MS. Le MSD était réglé automatiquement en sélectionnant le mode **Réglage HES**. Un microlitre de bromofluorobenzène à 25 µg/mL a été injecté pour vérifier la conformité des résultats du réglage automatique avec les exigences de la méthode HJ642-2013. Le Tableau 2 présente les résultats de l'évaluation du réglage.

**Tableau 1.** Conditions analytiques de l'échantillonneur d'espace de tête 7697A, du GC 8890A et du GC/MSD 5977B.

Paramètre	Consigne
Température de l'injecteur	250 °C
Insert	d.i. 1 mm, ultra inerte (réf. 5190-4047)
Débit de la colonne	Débit constant, 1,2 mL/min
Rapport de division	10:1
Programme du four	40 °C (2 minutes), 8 °C/min jusqu'à 90 °C (4 minutes), puis 6 °C/min jusqu'à 200 °C (10 minutes)
Colonne	DB-624, 60 m × 0,25 mm, 1,4 µm (réf. 122-1364)
Ligne de transfert du MSD	200 °C
Source du MS	230 °C/300 °C (300 °C pour échantillon de faible concentration)
Quadripôle MS	150 °C
Gamme de balayage en masse	m/z 35 à 300
Seuil	0
Échantillons A/N	4
Facteur de gain	0,1/1 (FG de 1,0 pour échantillon de faible concentration)
Taille de la boucle du 7697A	1 mL
Gaz de pressurisation des flacons	He
Température de la boucle du 7697A	100 °C
Température de four du 7697A	80 °C
Température de la ligne de transfert du 7697A	110 °C
Temps de stabilisation des flacons	35 minutes
Taille des flacons	20 mL, septa en PTFE/silicone
Agitation des flacons	Niveau 7, 136 agitations/min avec une accélération de 530 cm/s <sup>2</sup>
Mode de remplissage des flacons	Mode par défaut
Pression de remplissage des flacons	15 psi
Mode de remplissage de la boucle	Personnalisé
Montée en pression de la boucle	20 psi/min
Pression finale de la boucle	9 psi
Temps de stabilisation de la boucle	0,1 minute
Mode de pilotage du gaz vecteur	Pilotage GC
Évacuation après extraction	Activée

**Tableau 2.** Évaluation de la conformité des résultats du réglage de la source HES du MSD.

Masse cible	Rel. à la masse	Limite inférieure %	Limite supérieure %	Abondance relative (%)	Abondance brute	Conforme/ Non conforme
95	95	100	100	100	677 753	Conforme
96	95	5	9	7,2	48 518	Conforme
173	174	--	2	0	0	Conforme
174	95	50	--	84,6	573 269	Conforme
175	174	5	9	7,9	45 371	Conforme
176	174	95	105	98	561 620	Conforme
177	176	5	10	6,9	38 635	Conforme

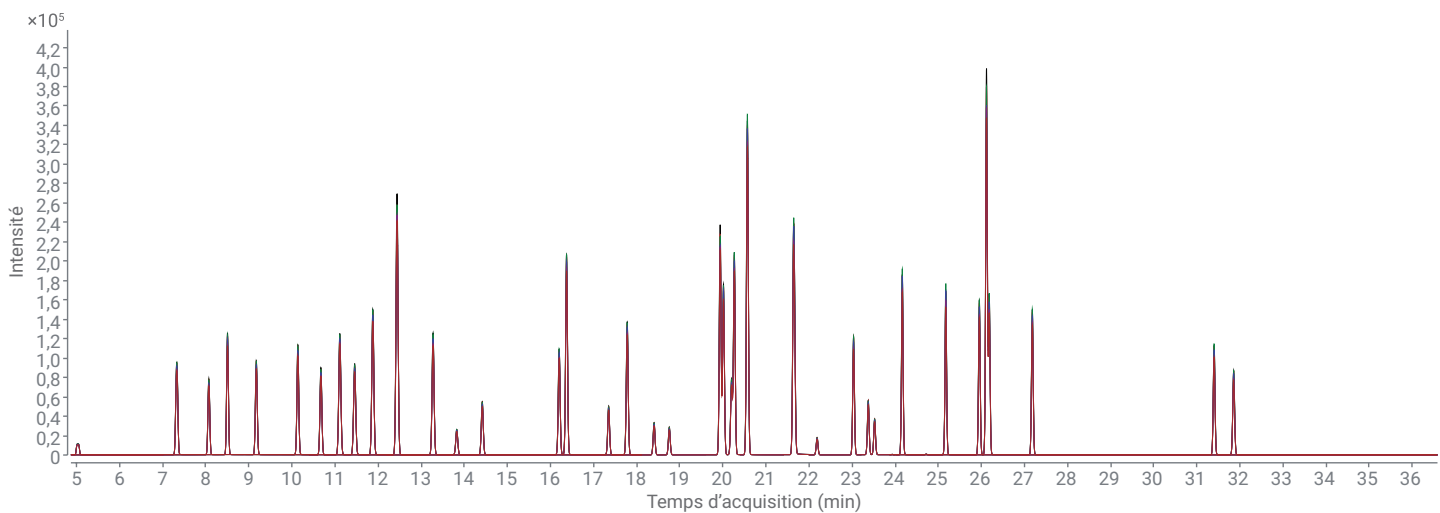
Les données MSD ont été acquises en mode SIM. La Figure 1 représente les chromatogrammes d'ions totaux en mode SIM pour les étalons à 20 µg/L dans 10 mL de modificateur de matrice et 2 g de sable de quartz.

La méthode HJ642-2013 utilise des étalons internes pour la quantification, donc la reproductibilité et la linéarité de l'instrument ont été contrôlées en se basant sur les résultats de quantification des concentrations et non sur la réponse absolue pour les composés cibles.

Six analyses consécutives de mélanges étalon à 20 µg/L ont été effectuées. À l'exception du styrène dont la RSD était de 7 %, la RSD des concentrations détectées pour 38 COV était comprise dans une plage de 1,7 à 4,6 %, démontrant l'excellente précision de la quantification.

**Tableau 3.** Linéarité, LOD, précision et taux de récupération de l'instrument dans des conditions d'utilisation normales du MSD-HES.

Nom	TR/min	Formule de régression	R <sup>2</sup>	RSD (en %) de la concentration	LOQ (µg/kg)	LOD (µg/kg)	Taux de récupération	
							20 µg/L	40 µg/L
Chlorure de vinyle	5,034	$y = 0,101690 * x + 6,290804E-004$	0,996	2,2	4,8	1,4	112,5 %	107,1 %
1,1-dichloroéthène	7,327	$y = 0,276991 * x - 3,581275E-004$	0,998	2	4,0	1,2	111,5 %	106,8 %
Chlorure de méthylène	8,07	$y = 0,207358 * x + 0,002525$	0,996	2,2	5,1	1,5	102,3 %	104,3 %
<i>Trans</i> -1,2-dichloroéthène	8,503	$y = 0,287113 * x + 0,001344$	0,997	2,1	4,1	1,2	100,6 %	100,3 %
<i>Cis</i> -1,2-dichloroéthène	10,136	$y = 0,276668 * x - 1,884161E-004$	0,999	2,2	3,8	1,1	99,4 %	101,0 %
1,1-dichloroéthane	9,175	$y = 0,484499 * x + 0,002331$	0,997	2,1	3,7	1,1	109,9 %	106,8 %
Chloroforme	10,672	$y = 0,445198 * x + 0,007469$	0,996	2	4,2	1,3	110,0 %	105,7 %
1,1,1-trichloroéthane	11,109	$y = 0,491543 * x + 0,001691$	0,998	1,7	3,6	1,1	107,4 %	105,8 %
Tétrachlorure de carbone	11,454	$y = 0,455046 * x + 0,001120$	0,998	1,8	4,0	1,2	104,6 %	103,5 %
1,2-dichloroéthane	11,874	$y = 0,255379 * x + 0,011468$	0,996	2,1	4,9	1,5	110,4 %	105,5 %
Benzène	11,878	$y = 1,042873 * x + 0,004004$	0,998	2,2	3,5	1,0	106,0 %	104,6 %
Trichloroéthylène	13,272	$y = 0,411061 * x - 0,001326$	0,999	2	3,9	1,2	103,0 %	104,3 %
1,2-dichloropropane	13,824	$y = 0,306996 * x - 0,002118$	0,999	2,2	3,3	1,0	107,5 %	107,9 %
Bromodichlorométhane	14,416	$y = 0,378155 * x - 0,002188$	0,999	2,1	4,1	1,2	106,6 %	106,4 %
Toluène	16,37	$y = 0,889250 * x - 0,010461$	0,999	2,3	4,2	1,2	101,7 %	104,9 %
Toluène-d <sub>8</sub>	16,201	$y = 1,206994 * x - 0,010969$	0,998	2,3	4,1	1,2	101,0 %	105,1 %
1,1,2-trichloroéthane	17,348	$y = 0,190979 * x + 6,646855E-004$	0,999	1,9	4,6	1,4	107,4 %	105,8 %
Tétrachloroéthylène	17,779	$y = 0,389153 * x + 1,166931E-004$	0,999	2	3,9	1,2	100,3 %	100,0 %
Dibromochlorométhane	18,404	$y = 0,216751 * x - 0,002372$	0,999	2	4,9	1,5	100,3 %	101,7 %
1,2-dibromoéthane	18,756	$y = 0,135619 * x - 8,135818E-004$	0,999	1,9	4,8	1,5	102,0 %	101,8 %
Chlorobenzène	20,014	$y = 0,990760 * x - 0,002667$	0,999	2,2	3,8	1,1	99,1 %	99,3 %
Éthylbenzène	20,266	$y = 3,093411 * x - 0,049524$	0,998	2,7	3,7	1,1	109,0 %	114,1 %
1,1,1,2-tétrachloroéthane	20,199	$y = 0,649519 * x - 0,006668$	0,999	1,9	5,0	1,5	116,0 %	115,7 %
<i>m,p</i> -xylène	20,569	$y = 2,458761 * x - 0,043076$	0,997	2,8	4,2	1,3	108,6 %	114,2 %
Styrène	21,663	$y = 1,726545 * x - 0,067283$	0,995	7	8,1	2,4	81,0 %	91,3 %
<i>o</i> -xylène	21,637	$y = 1,235302 * x - 0,031450$	0,998	2,9	3,9	1,2	100,5 %	110,5 %
Bromoforme	22,187	$y = 0,239708 * x - 0,004527$	0,998	2	6,8	2,0	104,5 %	106,4 %
4-bromofluorobenzène	23,032	$y = 0,952233 * x - 0,016871$	0,999	2,4	3,9	1,2	94,6 %	101,4 %
1,2,3-trichloropropane	23,523	$y = 0,490147 * x - 0,002929$	0,999	2,1	6,2	1,9	119,1 %	114,8 %
1,1,2,2-tétrachloroéthane	23,375	$y = 0,606064 * x - 0,007174$	0,999	2	6,1	1,8	113,4 %	111,8 %
1,3,5-triméthylbenzène	24,162	$y = 2,577696 * x - 0,080450$	0,996	3,6	5,0	1,5	89,5 %	100,5 %
1,2,4-triméthylbenzène	25,17	$y = 2,492454 * x - 0,083100$	0,996	4,6	4,0	1,2	86,8 %	99,1 %
1,3-dichlorobenzène	25,951	$y = 1,545224 * x - 0,011240$	0,999	2,4	4,2	1,3	97,0 %	97,5 %
1,4-dichlorobenzène	26,181	$y = 1,547282 * x - 0,007234$	0,998	2,3	4,7	1,4	96,4 %	96,3 %
1,2-dichlorobenzène	27,18	$y = 1,415233 * x - 0,010719$	0,999	2,5	4,1	1,2	98,1 %	97,9 %
1,2,4-trichlorobenzène	31,399	$y = 1,102990 * x - 0,011530$	0,998	2,9	4,7	1,4	82,1 %	80,1 %
Hexachlorobutadiène	31,854	$y = 0,825483 * x - 3,454680E-004$	0,998	2,9	4,0	1,2	84,2 %	73,6 %



**Figure 1.** Superposition des traces des chromatogrammes d'ions totaux en mode SIM pour six réplicats d'échantillons à 20 µg/L.

La linéarité de l'instrument a été évaluée dans une plage de concentration de 2 à 100 µg/L dans 10 mL de modificateur de matrice, correspondant à des concentrations allant de 10 à 500 µg/kg dans les échantillons réels. Tous les composants cibles présentaient une bonne linéarité, avec des coefficients de corrélation ( $R^2$ ) de la régression linéaire au-dessus de 0,995.

Le taux de récupération de la méthode a été évalué en ajoutant 20 et 50 µL de mélange étalon à 10 mg/L dans des échantillons de sol réels de 2 g (correspondant à 100 et 250 µg/kg de COV dans l'échantillon de sol). L'échantillon de sol non dopé a été testé, puis la différence entre l'échantillon dopé et l'échantillon non dopé a été utilisée pour calculer le taux de récupération. Le taux de récupération du dopage de 20 µL était compris entre 81 et 119 % et entre 74 et 115 % pour le dopage de 50 µL. Les résultats étaient équivalents aux performances de récupération citées dans la méthode HJ642-2013.

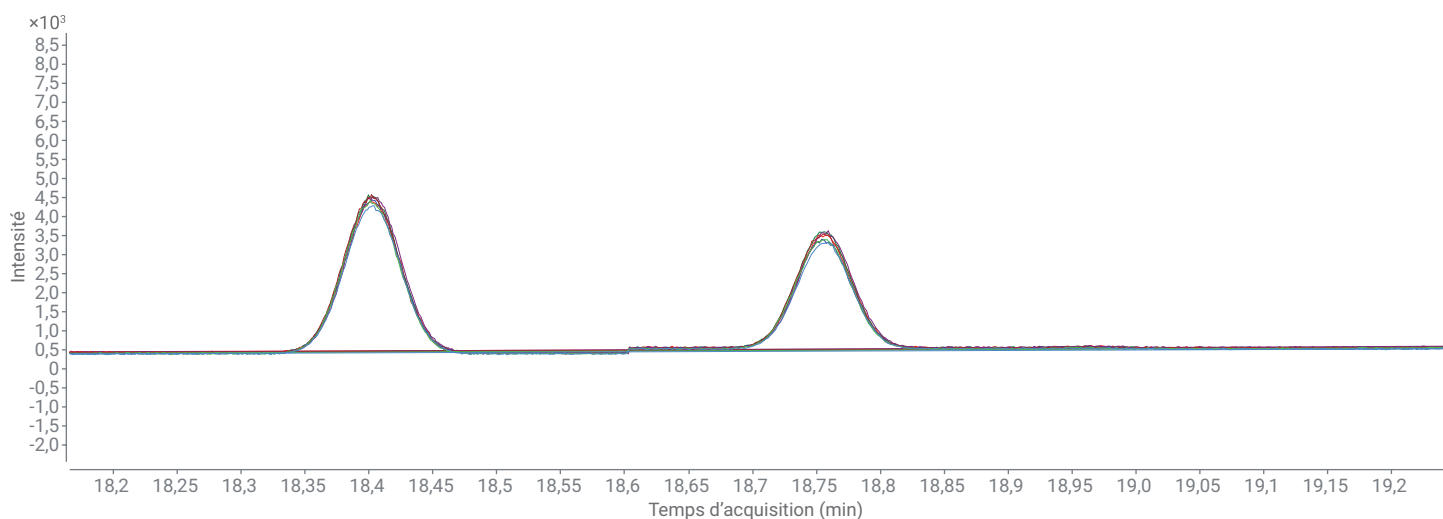
Les limites de détection minimales (MDL) pour 38 COV cibles, dont deux substitués, ont été calculées d'après la précision de la quantification à 2 µg/L, puis converties en LOD (µg/kg) et en LOQ (µg/kg) conformément à la méthode HJ642-2013 (Tableau 3). La LOD de la procédure utilisée était comprise entre 1,0 et 2,5 µg/kg (avec un facteur de gain du MSD de 0,1). Cela était suffisant pour détecter des concentrations en COV cibles de l'ordre du µg/kg, comme exigé par la méthode HJ642-2013.

Dans cette note d'application, une source HES a été utilisée pour la génération et la transmission des ions. Nous avons comparé les résultats avec nos travaux antérieurs sur l'analyse des COV (avec une source d'ionisation avec extracteur et un facteur de gain du quadripôle et de l'EMV équivalent). Nous avons constaté que, pour le même échantillon, le rapport S/B obtenu avec la source HES était environ trois à sept fois plus élevé qu'avec la source d'ionisation avec extracteur. Afin d'approfondir l'évaluation de l'influence de la source HES sur la capacité de détection du MSD, le facteur de gain du MSD a été réglé sur 1,0. Ceci

est la valeur généralement utilisée pour la source d'ionisation avec extracteur dans des applications équivalentes. La température de la source d'ionisation a été optimisée à 300 °C. Une série d'échantillons de COV entre 50 ng/L et 5 µg/L (correspondant à 0,25–25 µg/kg dans une matrice réelle) ont été préparés dans 10 mL de modificateur de matrice et 2 g de sable de quartz propre. Les MDL pour les nouvelles conditions analytiques ont été calculées d'après la précision de la quantification de huit réplicats d'étalons à 50 ng/L. Les MDL et la linéarité sont indiquées dans le Tableau 4, ainsi que les ions de quantification et de qualification utilisés. La Figure 2 représente la superposition des traces des chromatogrammes d'ions totaux en mode SIM de huit réplicats de dibromochlorométhane et de 1,2-dibromoéthane à 50 ng/L, démontrant la reproductibilité de l'instrument pour les analyses d'échantillons à basse concentration. Ces données démontrent que ce système est un choix idéal pour la détection fiable et sensible des COV dans les matrices solides, y compris pour des teneurs de l'ordre de 100 ppt (ng/kg).

Tableau 4. LOD, LOQ et linéarité (de 50 ng/L à 5 µg/L) de la méthode dans des conditions de MSD-HES optimisées.

	Nom	TR (min)	Formule de régression	R <sup>2</sup>	LOQ (µg/kg)	LOD (µg/kg)	Ion de quantification (m/z)	Ions de qualification (m/z)
1	Chlorure de vinyle	5,047	$y = 0,658957 * x - 6,016395E-005$	0,9994	0,142	0,043	62	64
2	1,1-dichloroéthène	7,327	$y = 2,339186 * x - 2,969010E-004$	0,9992	0,078	0,024	96	61, 63
3	Chlorure de méthylène (200 ppt à 5 ppb)	8,074	$y = 1,802609 * x + 0,031520$	0,9994	0,267	0,080	84	86, 49
4	Trans-1,2-dichloroéthène	8,506	$y = 2,307819 * x - 1,849103E-004$	0,9995	0,096	0,029	96	61, 98
5	1,1-dichloroéthane	10,139	$y = 2,378814 * x - 1,544549E-004$	0,9996	0,094	0,028	63	65, 83
6	Cis-1,2-dichloroéthène	9,174	$y = 4,499424 * x - 4,801002E-004$	0,9996	0,122	0,037	96	61, 98
7	Chloroforme	10,671	$y = 3,927227 * x + 0,002925$	0,9996	0,109	0,033	83	85
8	1,1,1-trichloroéthane	11,114	$y = 4,064121 * x - 4,835625E-004$	0,9995	0,139	0,042	97	99, 61
9	Tétrachlorure de carbone	11,453	$y = 3,628096 * x - 4,676820E-004$	0,9995	0,139	0,042	117	119
10	1,2-dichloroéthane	11,875	$y = 2,527376 * x + 0,025430$	0,9995	0,115	0,035	62	98
11	Benzène	11,881	$y = 9,837078 * x + 0,026800$	0,9994	0,143	0,043	78	-
12	Trichloroéthylène	13,275	$y = 4,037059 * x - 1,428444E-004$	0,9996	0,081	0,025	95	97, 130, 132
13	1,2-dichloropropane	13,827	$y = 3,372180 * x - 3,653243E-004$	0,9996	0,114	0,034	63	112
14	Bromodichlorométhane	14,419	$y = 3,320849 * x + 1,474400E-004$	0,9996	0,119	0,036	83	85, 127
15	Toluène-d <sub>8</sub> (substitué)	16,375	$y = 8,946947 * x + 0,004931$	0,9996	0,078	0,024	98	-
16	Toluène	16,204	$y = 14,159816 * x - 5,075302E-004$	0,9996	0,087	0,026	92	91
17	1,1,2-trichloroéthane	17,347	$y = 1,974437 * x - 1,028654E-004$	0,9997	0,133	0,040	83	97, 85
18	Tétrachloroéthylène	17,783	$y = 3,351350 * x + 1,908451E-004$	0,9996	0,101	0,030	164	129, 131, 166
19	Dibromochlorométhane	18,402	$y = 1,886300 * x - 1,633177E-004$	0,9996	0,117	0,035	129	127
20	1,2-dibromoéthane	18,758	$y = 1,485851 * x - 1,379536E-004$	0,9997	0,119	0,036	107	109, 188
21	Chlorobenzène	20,017	$y = 9,561805 * x + 0,014300$	0,9996	0,322	0,097	112	77, 114
22	1,1,1,2-tétrachloroéthane	20,266	$y = 36,572088 * x + 0,001083$	0,9997	0,101	0,031	131	133, 119
23	Éthylbenzène	20,205	$y = 5,817481 * x - 0,001149$	0,9995	0,171	0,052	91	106
24	m,p-xylène	20,570	$y = 27,057635 * x + 0,003155$	0,9995	0,102	0,031	106	91
25	Styrène	21,666	$y = 12,418970 * x - 0,004286$	0,9931	0,241	0,072	106	91
26	o-xylène	21,640	$y = 13,423336 * x + 0,001023$	0,9997	0,100	0,030	104	78
27	Bromoforme	22,189	$y = 2,204780 * x - 3,367844E-004$	0,9997	0,172	0,052	173	175, 254
28	4-bromofluorobenzène (substitué)	23,036	$y = 11,487625 * x - 7,553560E-004$	0,9996	0,105	0,032	95	174, 176
29	1,1,2,2-tétrachloroéthane	23,523	$y = 5,835213 * x - 0,001140$	0,9998	0,134	0,040	83	131, 85
30	1,2,3-trichloropropane	23,375	$y = 6,683218 * x - 2,225683E-004$	0,9998	0,206	0,062	75	77
31	1,3,5-triméthylbenzène	24,162	$y = 29,367748 * x - 0,006584$	0,9990	0,192	0,058	105	120
32	1,2,4-triméthylbenzène	25,173	$y = 26,561166 * x + 2,444729E-004$	0,9990	0,149	0,045	105	120
33	1,3-dichlorobenzène	25,954	$y = 15,629264 * x - 0,001070$	0,9996	0,104	0,031	146	111, 148
34	1,4-dichlorobenzène	26,181	$y = 14,892998 * x - 0,001860$	0,9994	0,091	0,028	146	111, 148
35	1,2-dichlorobenzène	27,184	$y = 14,968164 * x - 8,822657E-004$	0,9997	0,108	0,033	146	111, 148
36	1,2,4-trichlorobenzène	31,401	$y = 10,835935 * x - 5,724957E-004$	0,9994	0,158	0,048	180	182, 145
37	Hexachlorobutadiène	31,856	$y = 7,775980 * x - 7,142012E-004$	0,9997	0,139	0,042	225	223, 227



**Figure 2.** Superposition des traces des chromatogrammes d'ions totaux en mode SIM de huit répliqués de dibromochlorométhane et de 1,2-dibromoéthane à 50 ng/L dans 10 mL de modificateur de matrice.

Dans la plage de concentration de 50 ng/L à 5 µg/L, 36 composés avaient un  $R^2 > 0,999$ . Deux composés faisaient exception : le chlorure de méthylène et le styrène. Le  $R^2$  était de 0,993 pour le styrène, ce qui était moins bon que pour les autres composés, mais tout de même conforme aux exigences de la méthode HJ642-2013 pour la linéarité de l'étalonnage. La concentration de fond du chlorure de méthylène était supérieure à 100 ng/L, ce qui créait des interférences dans la partie basse de la plage de linéarité. La soustraction du bruit de fond a permis d'améliorer la linéarité du chlorure de méthylène entre 200 ng/L et 5 µg/L, comme indiqué dans le Tableau 4.

## Conclusions

Cette note d'application démontre qu'un GC 8890 et un GC/MSD Agilent 5977B couplés à un échantillonneur d'espace de tête 7697A constituent une plate-forme parfaitement adaptée aux analyses fiables et sensibles de COV dans le sol et les sédiments. La précision de la quantification du système (1 à 5 %), les faibles LOD et LOQ (la LOD était comprise entre 1,0 et 2,5 µg/kg pour l'échantillon de sol réel ou de sédiments), l'excellente linéarité pour la plupart

des composés avec des coefficients de corrélation  $> 0,995$  et les bons taux de récupération de la méthode (73 à 115 %) ont tous satisfait ou dépassé les exigences de la norme environnementale chinoise HJ642-2013. De plus, si les utilisateurs requièrent une détection plus sensible, les paramètres opérationnels de la source HES du MSD peuvent être optimisés pour atteindre une limite de détection de l'ordre de 100 ppt et obtenir une bonne linéarité dans les plages de faible concentration.

## Références

1. Volatile Organic Compounds in Soils and Other Solid Matrices using Equilibrium Headspace Analysis. *US EPA Method 5021* **1996**, revision 0, US EPA, USA.
2. Soil and Sediment. Determination of Volatile Organic Compounds - Headspace-Gas Chromatography/Mass Method. HJ 642-2013, publiée par le ministère de l'Écologie et de l'environnement de la République populaire de Chine.
3. Soil and Sediment - Determination of Volatile Organic Compounds - Headspace-Gas Chromatography Method. HJ 741-2015, publiée par le ministère de l'Écologie et de l'environnement de la République populaire de Chine.
4. Improved Volatiles Analysis Using Static Headspace, the Agilent 5977B GC/MSD, and a High-efficiency Source. *Note d'application d'Agilent Technologies*, numéro de publication 5991-6539EN, **2016**.

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

Ces informations peuvent être modifiées sans préavis.

© Agilent Technologies, Inc. 2019  
Imprimé aux États-Unis, le 27 mars 2019  
5994-0662FR