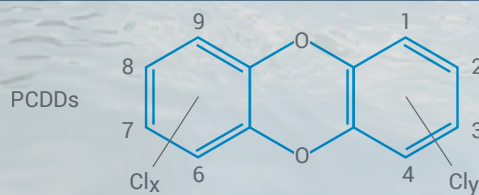
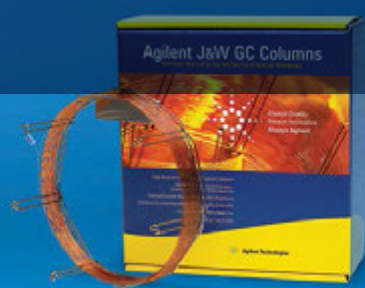


Analyse des dioxines par GC/MS dans les échantillons environnementaux

Guide des références de consommables



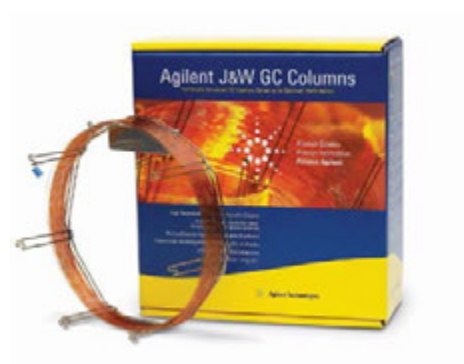
Détermination des dibenzo-p-dioxines et dibenzofuranes substitués en 2,3,7,8 et comportant quatre à huit atomes de chlore

Les dioxines et les furanes sont des polluants environnementaux appartenant au groupe appelé « dirty dozen », un groupe de produits chimiques nommés polluants organiques persistants (POP). Ils sont libérés dans l'environnement pendant certains processus naturels et certains procédés à haute température liés à l'activité industrielle. Les dioxines sont une source de préoccupation, car en plus de contaminer l'environnement et la chaîne alimentaire, elles peuvent se bioaccumuler dans les tissus adipeux au cours du temps.

Après la signature de la [Convention de Stockholm](#) sur l'élimination mondiale de l'utilisation de certains POP, les dioxines ont été reconnues comme faisant partie des POP, poussant mondialement des institutions gouvernementales et extragouvernementales à introduire des réglementations définissant les limites acceptées en dioxines. On considère généralement que les tests des dioxines sont hautement spécialisés et exigent une sensibilité très élevée ainsi qu'une robustesse et une précision extrêmes. Historiquement, l'EPA américaine a développé des méthodes d'analyse des dioxines et des furanes dans diverses matrices environnementales, qui ont été utilisées mondialement et comprennent :

- EPA 1613B¹ : Tetra- through Octa-Chlorinated Dioxins and Furans by Isotope Dilution (HRGC/HRMS).
- EPA 8280B² : méthode utilisée pour la détection et la mesure quantitative des polychlorodibenzo-p-dioxines (PCDD) et des polychlorodibenzofuranes (PCDF) par chromatographie en phase gazeuse haute résolution couplée à la spectrométrie de masse basse résolution (HRGC/LRMS).
- EPA 8290A³ : méthode indiquant des procédures pour la détection et la mesure quantitative des polychlorodibenzodioxines (PCDD) et des polychlorodibenzofuranes (PCDF) par chromatographie en phase gazeuse haute résolution couplée à la spectrométrie de masse haute résolution (HRGC/HRMS).
- EPA 23⁴ : méthode applicable à la détermination des polychlorodibenzo-p-dioxines et des polychlorodibenzofuranes provenant de sources stationnaires.

Toutes ces méthodes permettent l'utilisation des mêmes colonnes et consommables.



Méthode EPA 1613B et méthode SGS Axys 16130⁵

La méthode 1613B a été développée par l'Office of Science and Technology de l'Agence de protection de l'environnement des États-Unis pour la détermination spécifique aux isomères des dibenzo-p-dioxines et des dibenzofuranes comportant quatre à huit atomes de chlore, dans les matrices aqueuses et les autres matrices, par dilution isotopique en chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire haute résolution (HRGC) couplée à la spectrométrie de masse haute résolution (HRMS).

Dans sa version d'origine, la méthode 1613B exigeait une haute résolution de masse $\geq 10\,000$ qui ne pouvait être atteinte qu'à l'aide de GC/HRMS en raison de l'absence de meilleures solutions. Ces instruments requièrent une maintenance coûteuse, et leur utilisation nécessite des compétences hautement spécialisées.

La technologie MS/MS offre de nombreux avantages semblables aux méthodes HRMS en termes de spécificité et de sensibilité, sans l'exigence d'une haute résolution de masse ni le coût et la complexité des instruments de HRMS. Une méthode permettant la détermination des dioxines et des furanes par GC/MS/MS (GC/TQ) a le potentiel d'abaisser les coûts du laboratoire.

Tableau 1. Paramètres GC/TQ pour la méthode SGS Axys 16130⁵

Paramètre	Valeur
Chromatographe en phase gazeuse	
Modèle	GC Agilent 7890B
Colonne	DB-5 Agilent, 60 m × 0,25 mm, 0,1 µm (réf. 122-5061)
Régulation de la pression de la colonne	Débit constant, gaz vecteur He
Mode d'injecteur	Sans division
Insert d'injecteur	Insert d'injection, sans division, double rétreint, désactivé (réf. 5181-3315)
Volume d'injection	1,0 µL
Température de l'injecteur	290 °C
Débit	0,93 mL/min
Programme de température	90 °C pendant 2 min, 22 °C/min jusqu'à 200 °C, 1 °C/min jusqu'à 215 °C, palier de 10 min, 5,2 °C/min jusqu'à 300 °C, palier de 2,7 min
Temps d'analyse total	51,05 min
Temps de stabilisation	0,1 min
Spectromètre de masse	
Modèle	GC/MS triple quadripôle Agilent 7010B
Mode d'ionisation	El, 70 eV
Mode d'acquisition	MRM
Courant du filament	100 µA
Gaz de collision	N ₂ à 1,5 mL/min
Gaz d'extinction	He à 2,25 mL/min
Température de l'interface GC	290 °C
Température de la source d'ionisation	290 °C
Température du quadripôle 1	150 °C
Température du quadripôle 2	150 °C



Agilent, en collaboration avec SGS AXYS Analytical Services Ltd., a développé la méthode SGS Axys 16130⁵ faisant appel à un GC Agilent 7890B couplé à un GC/MS triple quadripôle Agilent 7010B. Cette méthode répond aux spécifications d'AQ/CQ et de performances de la méthode 1613B pour l'analyse des polychlorodioxines et des polychlorofuranes (PCDD/PCDF) dans les matrices environnementales et est approuvée par l'EPA en tant que protocole de remplacement pour l'analyse des dioxines dans la méthode EPA 1613B.

Les comparaisons entre les concentrations en PCDD et PCDF déterminées par GC/HRMS et GC/TQ dans des échantillons de situations réelles (figure 1) démontrent l'équivalence des résultats obtenus avec les deux technologies.

La méthode EPA 1613B nécessite que la hauteur de la vallée entre les pics d'isomères d'élution voisine et les isomères de TCDD et TCDF substitués en 2,3,7,8 soit < 25 % pour l'obtention de valeurs TEQ plus exactes¹. Avec la méthode GC/TQ SGS Axys 16130⁵, les valeurs de résolution calculées en faisant le rapport entre la hauteur des vallées avant et arrière et la hauteur de pic étaient de respectivement 20,4 et 7,8 (figure 2) et ne dépassaient pas la limite de 25 %.

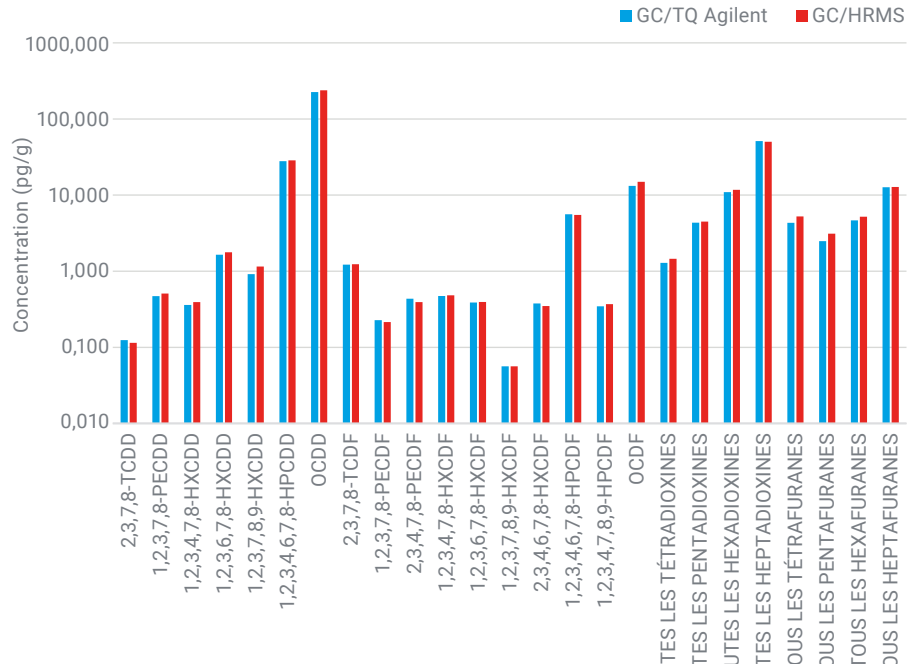


Figure 1. Comparaison de la concentration totale en PCDD/PCDF déterminée par GC/TQ (barres bleues) et GC/HRMS (barres rouges) pour un échantillon de biosolides de situation réelle

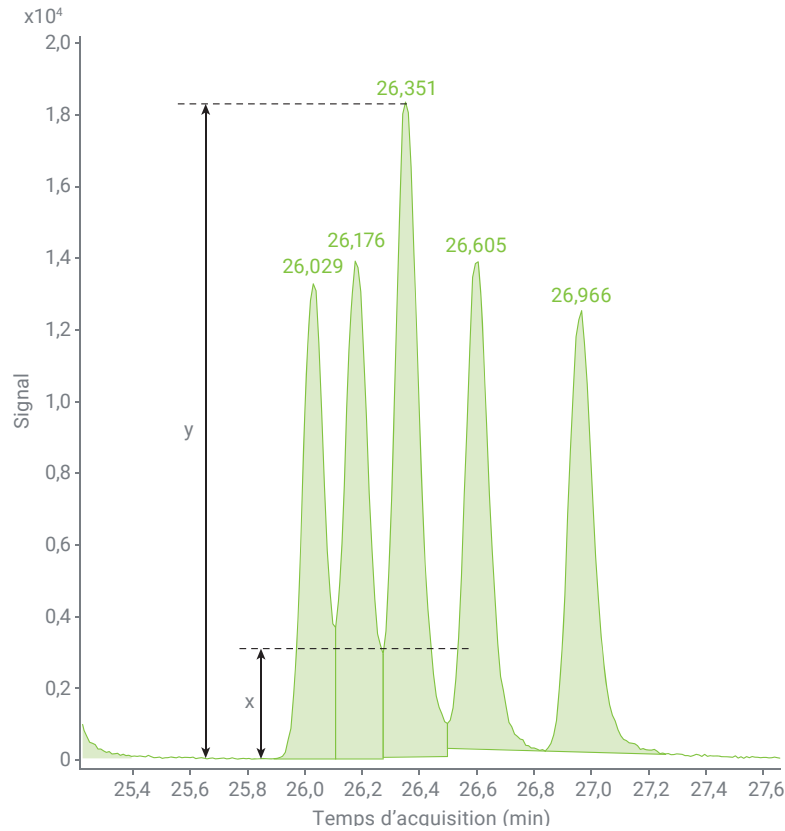


Figure 2. 2,3,7,8-TCDD et pics d'élution voisine sur un GC/TQ avec la méthode SGS Axys 16130⁵

Autres colonnes GC utilisées dans l'analyse des dioxines

Dans une autre méthode⁶ faisant appel à un GC/TQ, la colonne Agilent J&W DB-5ms Ultra Inert (réf 122-5562UI) a été utilisée dans la configuration et les conditions indiquées dans la figure 3. L'inertie supérieure de cette colonne a permis l'obtention de pics symétriques, tout en satisfaisant au critère de hauteur de vallée < 25 % pour la séparation entre les 2,3,7,8-TCDF isomères toxiques et non toxiques. Cependant, il faut noter qu'avec la colonne DB-5ms UI, l'ordre d'élution entre le 2,3,7,8-TCDD et le 1,2,3,9-TCDD est inversé par rapport à la colonne DB-5.

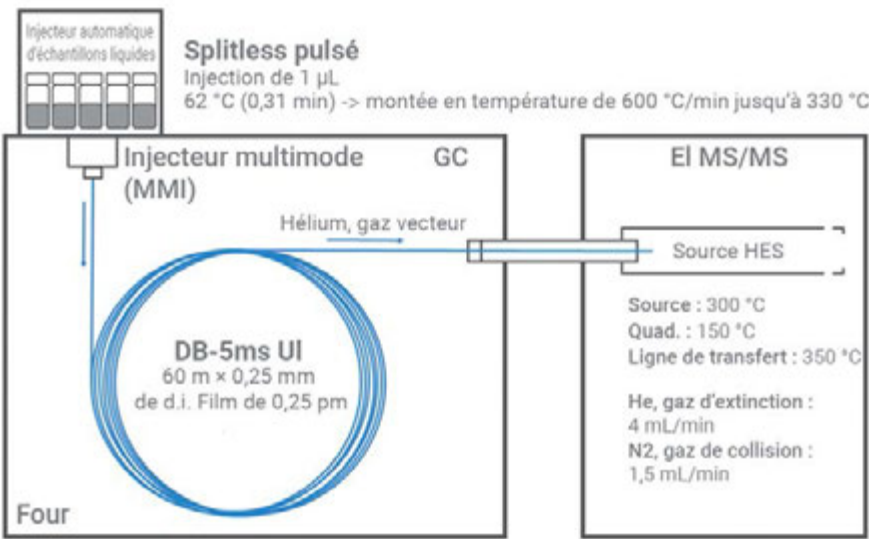


Figure 3. Configuration et conditions GC/TQ avec la colonne Agilent J&W DB-5ms UI⁶

Tableau 2. Colonnes GC typiquement utilisées pour l'analyse des dioxines environnementales

Colonne GC Agilent J&W	Caractéristiques	Résultat analytique
Colonne analytique DB-5 ⁵	Faible ressuage	Économique ; approuvée par l'EPA
Colonne analytique DB-5ms Ultra Inert ⁶	– Ressuage exceptionnellement faible – Ultra Inert	– Quantification exacte – Qualité supérieure des données – Séparation entre les 2,3,7,8-TCDF isomères toxiques et non toxiques
Colonne de confirmation DB-225 ¹ (si nécessaire)	Faible ressuage	Économique ; approuvée par l'EPA
Colonne analytique VF-Xms ⁷	– Phase modifiée à forte teneur en arylène avec une sélectivité unique pour les composés chlorés – Solution de remplacement des phases DB-5 avec une plus grande polarité	– Séparation à la ligne de base entre le 2,3,7,8-TCDF et les isomères d'élution voisine – Ne requiert pas de colonne de confirmation

Références

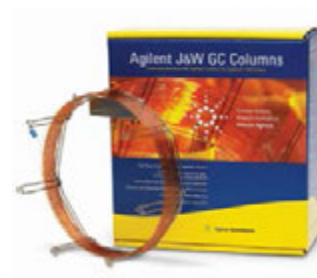
1. www.epa.gov/sites/production/files/2015-06/documents/SOP_HWSS_25_revision_3.pdf
2. www.epa.gov/sites/production/files/2015-12/documents/8280b.pdf
3. www.epa.gov/sites/production/files/2016-01/documents/sw846method8290a.pdf
4. method_23.pdf (epa.gov)
5. An Alternate Testing Protocol for EPA 1613B using Agilent Triple Quadrupole GC/MS, Determination of 2,3,7,8-substituted tetra- through octa-chlorinated dibenzo-p-dioxins and dibenzofurans - [5994-3029EN](http://www.epa.gov/epaoswer/hazwaste/docs/5994-3029EN)
6. Tetra- Through Octa-Chlorinated Dioxins and Furans Analysis in Water by Isotope Dilution GC/MS/MS - [5994-0677EN](http://www.epa.gov/epaoswer/hazwaste/docs/5994-0677EN)
7. Analysis of all 136 tetra- through octa- polychlorinated dibenzo-p-dioxins and dibenzofurans using an Agilent J&W FactorFour VF-Xms GC column - [SI-02196](http://www.epa.gov/epaoswer/hazwaste/docs/SI-02196)

Informations pour commander des colonnes et consommables d'analyse des dioxines

Le tableau ci-dessous contient des recommandations de produits Agilent utilisés dans cette analyse afin de vous permettre de trouver rapidement ce que vous recherchez. Cliquez sur les liens MaListe* ci-dessous pour ajouter des articles dans la liste de vos « Produits favoris » dans la boutique en ligne d'Agilent. Ensuite, indiquez la quantité souhaitée pour les produits dont vous avez besoin. Votre liste d'articles sera disponible dans la rubrique « Produits favoris » pour faciliter vos futures commandes.

MaListe de tous les consommables pour l'analyse des dioxines indiquées dans le tableau.

Description	Réf.
MaListe d'étalons chimiques	
Mélange de chlorodibenzo-p-dioxines, 10 µg/mL, toluène, 1 mL	RPE-065M-1
Mélange de chlorodibenzofuranes, 10 µg/mL, toluène, 1 mL	RPE-045M-1
2,3,7,8-tétrachlorodibenzo-p-dioxine, 50 µg/mL, toluène, 1 mL	RPE-029S-1
Octachlorodibenzo-p-dioxine, 50 µg/mL, toluène, 1 mL	RPE-017S-1
2,3,7,8-tétrachlorodibenzofurane, 50 µg/mL, toluène, 1 mL	RPE-037S-1
1,2,3,7,8-pentachlorodibenzofurane, 50 µg/mL, toluène, 1 mL	RPE-042S-1
1,2,3,4,7,8-hexachlorodibenzofurane, 50 µg/mL, toluène, 1 mL	RPE-043S-1
Octachlorodibenzofurane, 50 µg/mL, toluène, 1 mL	RPE-019S-1
MaListe de colonnes GC – colonne analytique primaire	
DB-5 Agilent J&W, 60 m × 0,25 mm, 0,1 µm (méthode SGS Axys 16130 ⁵)	122-5061
DB-5ms UI, 60 m × 0,25 mm, 0,25 µm	122-5562UI
Colonnes GC – colonne de confirmation (si nécessaire)	
DB-225, 30 m × 0,32 mm, 0,25 µm	123-2232
MaListe de consommables GC	
Insert d'injection, sans division, double rétreint, désactivé	5181-3315
Septa Agilent, optimisés en température et en relargage (BTO), antiadhérents, 11 mm, 50/pqt	5183-4757
Joint en or Ultra Inert, avec rondelle, 1/pqt	5190-6144
Joint en or Ultra Inert, avec rondelle, 10/pqt	5190-6145
Écrou autoserrant de colonne, à collerette, injecteur	G3440-81011
Écrou autoserrant de colonne, à collerette, MSD	G3440-81013
Ferrules 15 % graphite/85 % Vespel, d.i. 0,4 mm, 10/pqt	5181-3323
MaListe de flacons et capsules	
Flacon, à visser, ambré, silanisé, avec plage d'écriture, certifié, 2 mL, 100/pqt	5183-2072
Capsule, à visser, bleue, septa en PTFE/silicone/PTFE, 100/pqt. Taille de capsule : 12 mm	5182-0723
Insert de flacon, 250 µL, en verre conique avec pieds en polymère, désactivé, 100/pqt. Taille d'insert : 5,6 × 30 mm	5181-8872
MaListe de consommables MS	
Filament EI (pour 7000A/B/C/D, 5977B Inert Plus, 5977A avec source à extracteur, source inerte ou source en inox et 5975)	G7005-60061
Filament HES pour GC/MS triple quadripôle 7010	G7002-60001
MaListe de filtres à gaz	
Kit pour gaz vecteur Gas Clean pour 7890	CP17988
Kit pour gaz vecteur Gas Clean pour 8890 et 8860	CP179880
Cartouche de remplacement pour purificateur de gaz vecteur Gas Clean	CP17973



* Si vous utilisez la boutique en ligne d'Agilent pour la première fois, vous serez invité à entrer votre adresse e-mail pour vérifier votre compte. Si vous n'avez pas de compte enregistré chez Agilent, vous devrez en créer un sur www.agilent.com/en/promotions/onlinestore-videos. Cette fonctionnalité n'est valide que dans les régions où le commerce en ligne est disponible. Tous les articles peuvent aussi être commandés auprès de vos circuits de vente et de distribution habituels.

Agilent CrossLab : Une expertise réelle pour des résultats concrets

CrossLab va bien au-delà de l'instrumentation pour vous procurer des services, des consommables et la gestion des ressources à l'échelle du laboratoire, afin que vous puissiez améliorer l'efficacité, optimiser le fonctionnement, augmenter la disponibilité des instruments, développer les compétences des utilisateurs, et plus encore.

Pour en savoir plus sur Agilent CrossLab et voir des exemples d'excellents résultats obtenus grâce aux conseils d'experts, rendez-vous sur www.agilent.com/crosslab

France

0810 446 446

customercare_france@agilent.com

États-Unis et Canada

agilent_inquiries@agilent.com

Europe

info_agilent@agilent.com

Asie et Pacifique

inquiry_lsca@agilent.com

DE44340.6673032407

Ces informations peuvent être modifiées sans préavis.

© Agilent Technologies, Inc. 2021
Publié aux États-Unis, le 4 juin 2021
5994-3550FR