

Analyse simultanée des PCB et des HAP par GC/MS avec la colonne Rxi-XLB

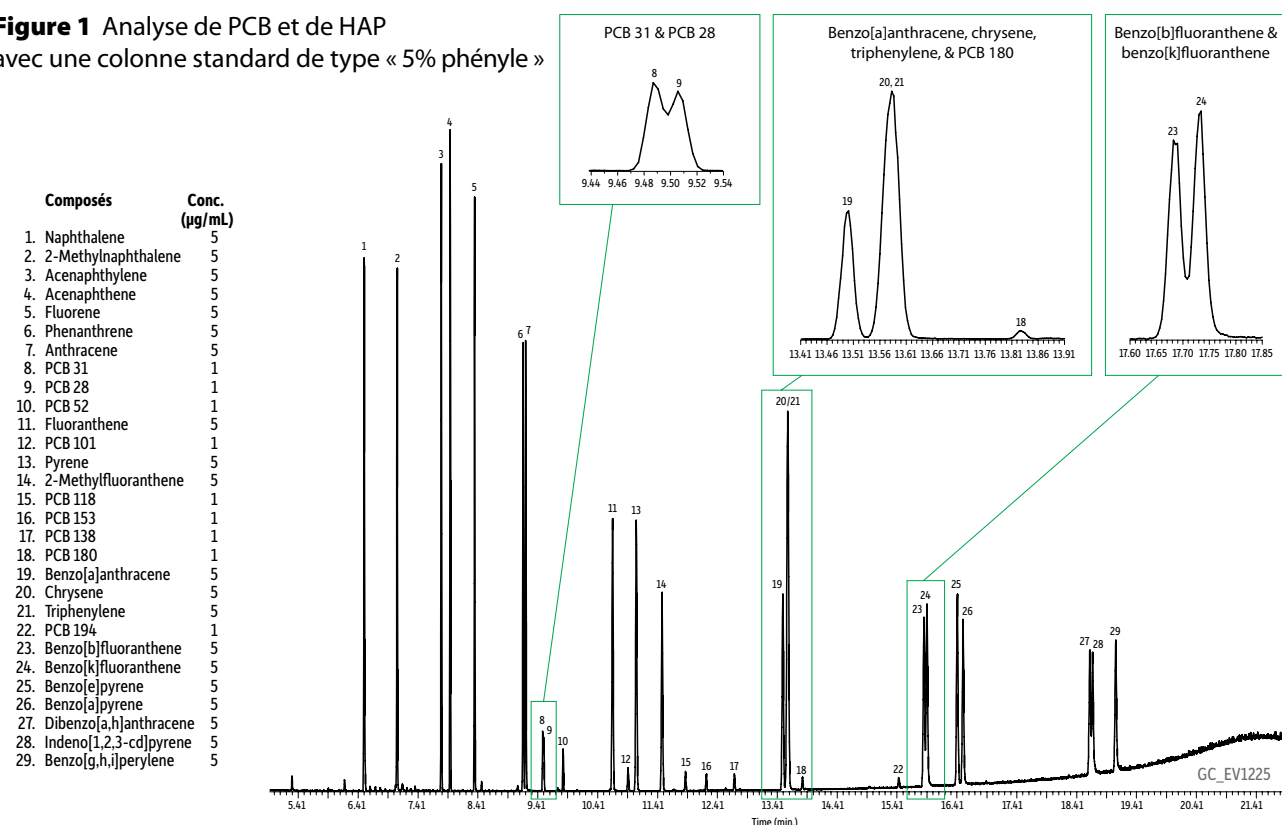
Les PCB (polychlorobiphényles) et les HAP (hydrocarbures aromatiques polycycliques) représentent un danger pour la santé. Ces polluants peuvent être présents dans les sols, les eaux et les denrées alimentaires. De nombreuses normes (NF/EN/ISO) en décrivent les procédures d'analyse. Les HAP peuvent être analysés par GC ou HPLC. La GC/MS tend à supplanter la HPLC pour le contrôle de cette famille de composés. Les PCB sont presque exclusivement analysés par GC/MS, les détecteurs spécifiques à capture d'électrons (ECO) étant de moins en moins utilisés en France.

Une analyse contraignante

Les analystes confrontés au dosage des PCB et des HAP (notamment les laboratoires environnementaux), doivent faire face à de multiples contraintes. La colonne chromatographique choisie doit en effet garantir la résolution de tous les composés recherchés dans un temps le plus court possible. S'agissant généralement d'analyse de traces, une colonne présentant une grande stabilité thermique et donc un faible « bleeding » est requise. Sa sélectivité doit être particulièrement étudiée pour permettre la résolution des composés partageant les mêmes spectres de masse. Enfin cette colonne doit idéalement pouvoir séparer simultanément tous les PCB et tous les HAP visés par les méthodes officielles au cours d'une seule et même analyse par souci de productivité.

Les colonnes capillaires de type 5% phényle/95% méthyle (Rtx-5, DB-5, ZB-5, ...) étant les plus universellement répandues, ce sont généralement celles-ci qui sont utilisées pour les analyses environnementales et notamment de PCB et de HAP. Cette phase bien que polyvalente, ne constitue cependant pas la solution idéale à cette problématique. Ainsi les PCB 28 et 21 ne sont pas résolus avec ces colonnes (Figure 1) alors que les méthodes établies demandent la quantification du PCB 28. La détection par spectrométrie de masse n'est pas d'un grand secours pour ces analytes partageant les mêmes ions.

Figure 1 Analyse de PCB et de HAP avec une colonne standard de type « 5% phényle »



Column Rxi®-5ms, 30 m, 0.25 mm ID, 0.25 µm (cat.# 13423)
Sample SV calibration mix #5 / 610 PAH mix (cat.# 31011), Benzo(e)pyrene (cat.# custom), Triphenylene (cat.# custom), 2-Methylnaphthalene (cat.# 31285) 2-Methylfluoranthene (cat.# custom), PCB congener standard #2 (cat.# 32294), PCB 31 (cat.# custom)
Diluent: Dichloromethane
Injection Inj. Vol.: 0.5 µL splitless (hold 1.75 min.)
Liner: 2.0 mm ID straight inlet liner w/wool (cat.# 21718)

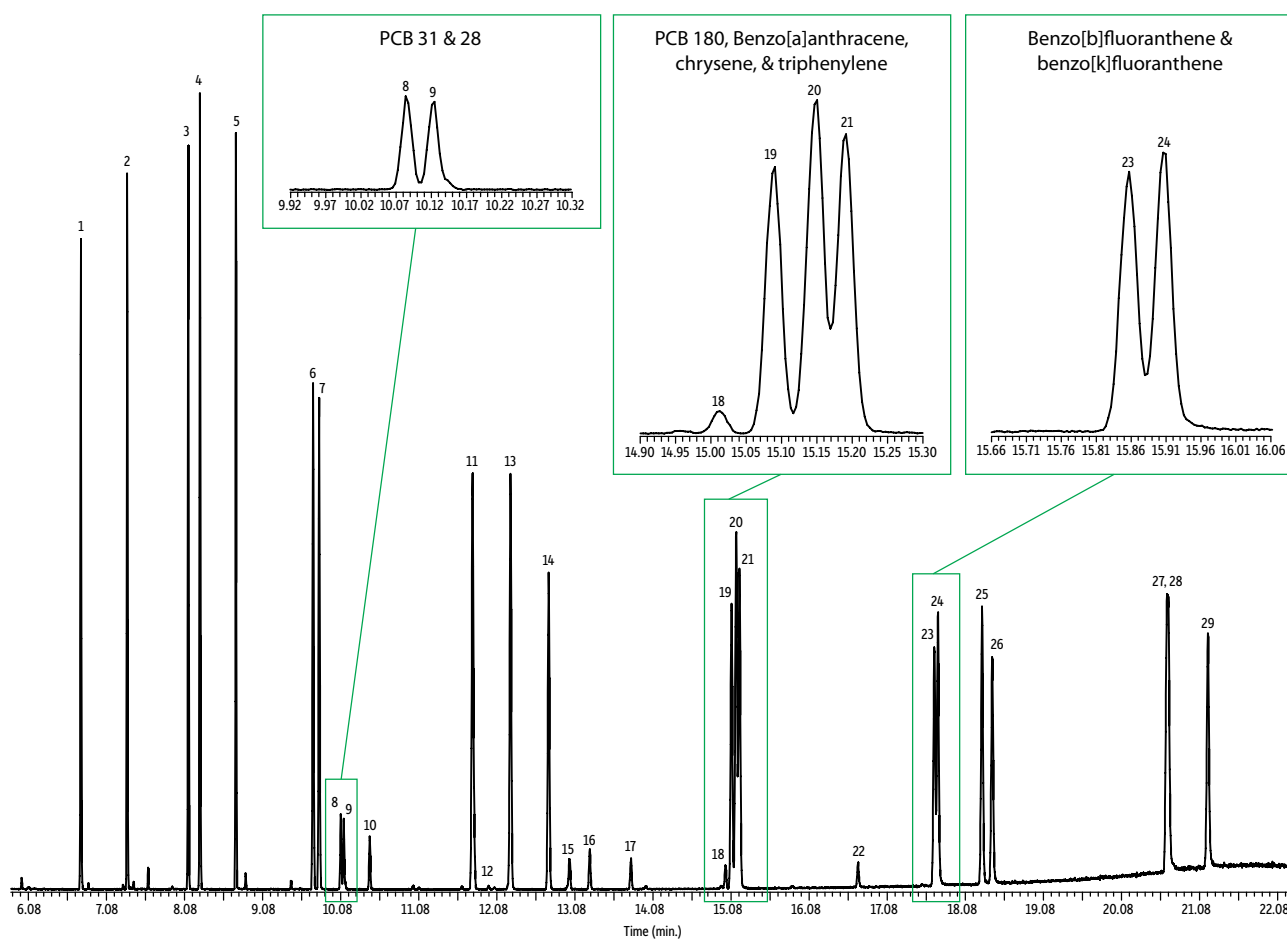
Inj. Temp.: 300 °C
Purge Flow: 50 mL/min.
Oven
Oven Temp: 40 °C (hold 2 min.) to 240 °C at 30 °C/min. (hold 2 min.) to 340 °C at 10 °C/min. (hold 5 min.)
Carrier Gas He, constant flow
Flow Rate: 1 mL/min.
Detector MS
Mode: Scan
Transfer Line
Temp.: 300 °C

Analyzer Type: Quadrupole
Source Temp.: 280 °C
Electron Energy: 70 eV
Solvent Delay
Time: 4 min.
Tune Type: manual
Ionization Mode: EI
Scan Range: 45-550 amu
Scan Rate: 5 scans/sec.
Instrument PE Clarus 500 GC & Clarus 500 MS

Une sélectivité unique

La colonne Rxi-XLB répond en tous points aux exigences inhérentes à l'analyse des PCB et des HAP. La phase de cette colonne est de polarité intermédiaire. Sa sélectivité est légèrement différente de celle des colonnes de type 5% phényle/95 % méthyle. Cette sélectivité unique garantit une excellente séparation de tous les PCB et HAP visés par les diverses méthodes analytiques. Les PCB 28 et 31 notamment sont très bien séparés (Figure 2). La phase de la colonne Rxi-XLB supporte des températures allant jusqu'à 360°C. Son faible « bleeding » à température élevée est synonyme de bonne réponse même pour les HAP les plus « lourds ». Cette phase garantit en outre une bonne résolution des paires critiques benzo(a)anthracène/chrysène et benzo(b)fluoranthène/benzo(k)fluoranthène. Surtout, la colonne Rxi-XLB permet d'analyser simultanément au cours d'un même « run » de 22 minutes, les PCB et les HAP les plus couramment recherchés. Cela signifie un gain de productivité notable pour tous les laboratoires confrontés à cette analyse. La colonne Rxi®-XLB reste par ailleurs une colonne polyvalente apte à l'analyse d'un grand nombre de composés semi-volatils et polluants environnementaux (Figure 3).

Figure 2 Analyse simultanée de PCB et de HAP avec une colonne Rxi®-XLB



GC_EV1223

Column Sample

Rxi®-XLB, 30 m, 0.25 mm ID, 0.25 µm (cat.# 13723)
SV calibration mix #5 / 610 PAH mix (cat.# 31011), Benzo(e)pyrene (cat.# custom),
Triphenylene (cat.# custom), 2-Methylnaphthalene (cat.# 31285),
2-Methylfluoranthène (cat.# custom), PCB congener standard #2 (cat.# 32294),
PCB 31 (cat.# custom)
Dichlorométhane

Diluent: Injection

0.5 µL splitless (hold 1.75 min.)
2.0 mm ID straight inlet liner w/wool (cat.# 21718)
Inj. Temp.: 300 °C
Purge Flow: 50 mL/min.

Oven

Oven Temp: 40 °C (hold 2 min.) to 240 °C at 30 °C/min. (hold 2 min.) to 340 °C at 10 °C/min. (hold 5 min.)
Carrier Gas: He, constant flow
Flow Rate: 1 mL/min.

Detector

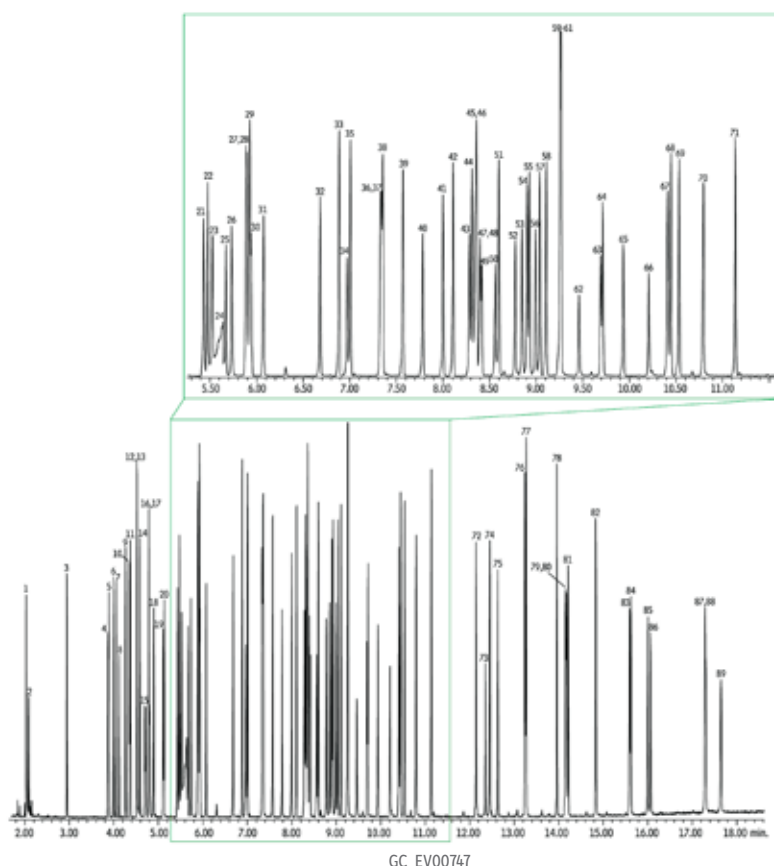
MS
Mode: Scan
Transfer
Line Temp.: 300 °C
Analyzer Type: Quadropole
Source Temp.: 280 °C
Electron Energy: 70 eV
Solvent Delay
Time: 4 min.
Tune Type: manual
Ionization Mode: EI
Scan Range: 45-550 amu
Scan Rate: 5 scans/sec.
Instrument: PE Clarus 500 GC & Clarus 500 MS

Peaks Conc. (µg/mL)

1. Naphthalene	5	10. PCB 52	1	20. Chrysène	5
2. 2-Methylnaphthalene	5	11. Fluoranthène	5	21. Triphénylène	5
3. Acénaphthylène	5	12. PCB 101	1	22. PCB 194	1
4. Acénaphthène	5	13. Pyrène	5	23. Benzo[b]fluoranthène	5
5. Fluorène	5	14. 2-Méthylfluoranthène	5	24. Benzo[k]fluoranthène	5
6. Phénanthrène	5	15. PCB 118	1	25. Benzo[e]pyrène	5
7. Anthracène	5	16. PCB 153	1	26. Benzo[a]pyrène	5
8. PCB 31	1	17. PCB 138	1	27. Dibenzo[a,h]anthracène	5
9. PCB 28	1	18. PCB 180	1	28. Indeno[1,2,3-cd]pyrène	5
		19. Benzo[a]anthracène	5	29. Benzo[g,h,i]pérylène	5



Figure 3 Rxi®-XLB : une colonne polyvalente pour l'analyse des composés semi-volatils environnementaux



Composés	
1.	Pyridine
2.	N-Nitrosodiméthylamine
3.	2-Fluorophenol
4.	Phenol-d6
5.	Phenol
6.	Aniline
7.	2-Chlorophenol
8.	Bis(2-chloroethyl) ether
9.	1,3-Dichlorobenzène
10.	1,4-Dichlorobenzène-D4
11.	1,4-Dichlorobenzène
12.	1,2-Dichlorobenzène
13.	Benzyl Alcohol
14.	2-Méthylphenol
15.	Bis(2-Chloroisopropyl)ether
16.	Hexachloroethane
17.	a.) 4-Méthylphenol b.) 3-Méthylphenol
18.	N-nitroso-di-n-propylamine
19.	Nitrobenzène-D5
20.	Nitrobenzène
21.	Isophorone
22.	2,4-Diméthylphenol
23.	2-Nitrophenol
24.	Benzoic acid
25.	Bis(2-chloroethoxy)methane
26.	2,4-Dichlorophenol
27.	1,2,4-Trichlorobenzène
28.	Naphthalene-D8
29.	Naphthalene
30.	Hexachlorobutadiène
31.	4-Chloroaniline
32.	4-Chloro-3-méthylphenol
33.	2-Méthyl-naphthalène
34.	Hexachlorocyclopentadiène
35.	1-Méthyl-naphthalène
36.	2,4,6-Trichlorophenol
37.	2,4,5-Trichlorophenol
38.	2-Fluorobiphényl
39.	2-Chloronaphthalène
40.	2-Nitroaniline
41.	Diméthyl phthalate
42.	Acenaphthylène
43.	2,6-Dinitrotoluène
44.	Acenaphthène-d10
45.	1,4-Dinitrobenzène
46.	Acenaphthène
47.	1,3-Dinitrobenzène
48.	3-Nitroaniline
49.	1,2-Dinitrobenzène
50.	4-Nitrophenol
51.	Dibenzofuran
52.	2,3,4,6-Tétrachlorophenol
53.	2,3,5,6-Tétrachlorophenol
54.	2,4-Dinitrophenol
55.	Diéthyl Phthalate
56.	2,4-Dinitrotoluène
57.	4-Chlorophényl phényl ether
58.	Fluorene
59.	Diphénylamine
60.	4-Nitroaniline
61.	Azobenzène
62.	2,4,6-Tribromophenol
63.	4,6-Dinitro-2-méthylphenol
64.	4-Bromophényl phényl ether
65.	Hexachlorobenzène
66.	Pentachlorophenol
67.	Phenanthrène-D10
68.	Phenanthrène
69.	Anthracène
70.	Carbazole
71.	Dibutyl phthalate
72.	Fluoranthène
73.	Benzidine
74.	Pyrene
75.	p-Terphényl-d14
76.	Butyl benzyl phthalate
77.	Bis(2-éthylhexyl) adipate
78.	Bis(2-éthylhexyl)phthalate
79.	Benzo[a]anthracène
80.	Chrysène-D12
81.	Chrysène
82.	Di-n-octyl phthalate
83.	Benzo[b]fluoranthène
84.	Benzo[k]fluoranthène
85.	Benzo[a]pyrene
86.	Perylene-D12
87.	Indeno[1,2,3-cd]pyrene
88.	Dibenzo[a,h]anthracène
89.	Benzo[ghi]perylene

Column Rxi®-XLB, 20 m, 0.18 mm ID, 0.18 µm (cat.# 43702)
Sample 8270 MegaMix (cat.# 31850)
 benzoic acid (cat.# 31415)
 benzidine (cat.# 31441)
 2,4-dinitrophenol (cat.# 31291)
 Acid Surrogate Mix (4/89 SOW) (cat.# 31063)
 B/N Surrogate Mix (4/89 SOW) (cat.# 31062)
Conc.: 5 ppm each analyte (2.5 ng on-column) (2.5 ppm/1.25 ng on-column for 3-méthylphenol and 4-méthylphenol)
Injection 0.5 µL pulsed splitless (hold 0.15 min.)
Inj. Vol.: Cyclo Double Gooseneck (2mm) (cat.# 20907)
Inj. Temp.: 270 °C
Pulse Pressure: 30 psi (206.8kPa)
Pulse Time: 0.20 min.

Oven
Oven Temp: 40 °C (hold 0.5 min.) to 90 °C at 14 °C/min.
 to 330 °C at 22 °C/min. (hold 1 min.)
Carrier Gas He, constant flow
Flow Rate: 1.2 mL/min.
Detector MS
Mode: Scan
Transfer Line Temp.: 280 °C
Analyzer Type: Quadrupole
Solvent Delay Time: 1 min.
Tune Type: DFTPP
Ionization Mode: EI
Scan Range: 35-550 amu
Instrument HP6890 GC & 5973 MSD

Conclusions

Grâce à sa sélectivité unique et sa remarquable stabilité thermique, la colonne Rxi-XLB est la colonne de choix pour l'analyse simultanée des PCB et des HAP mentionnés dans de nombreuses méthodes officielles. Elle sépare notamment les PCB 28 et 31 que des colonnes conventionnelles ne permettent pas de doser avec précision, même avec l'apport de la spectrométrie de masse. Sa grande inertie vis-à-vis des composés réactifs garantit également une grande sensibilité pour les polluants environnementaux. Tous les laboratoires confrontés à l'analyse des PCB et des HAP apprécieront le gain de productivité apporté par la colonne Rxi-XLB ainsi que ses performances.



Colonnes Rxi®-XLB

DI	ef (µm)	Temp. limites*	15 mètres		30 mètres		60 mètres	
			Réf.		Réf.		Réf.	
0.25 mm	0.10	30 et 340/360°C	13705		13708			
	0.25	30 et 340/360°C	13720		13723		13726	
	0.50	30 et 340/360°C			13738			
	1.00	30 et 340/360°C	13750		13753			
0.32 mm	0.10	30 et 340/360°C			13709			
	0.25	30 et 340/360°C	13721		13724		13727	
	0.50	30 et 340/360°C			13739			
	1.00	30 et 340/360°C			13754			
0.53 mm	0.50	30 et 340/360°C			13740			
	1.50	30 et 320/340°C	13767		13770			

DI	ef (µm)	Temp. limites	10 mètres		20 mètres	
			Réf.		Réf.	
0.10 mm	0.10	30 et 340/360°C	43701			
0.18 mm	0.18	30 et 340/360°C			43702	

* Les températures maximales sont données pour des colonnes de 15 et 30 mètres. Les températures maximales pour des colonnes plus longues peuvent être légèrement inférieures.

Étalons analytiques

Mélange d'hydrocarbures aromatiques MA EPH (17 composés)

acenaphthène	dibenzo(a,h)anthracène
acenaphthylène	fluoranthène
anthracène	fluorene
benzo(a)anthracène	indeno(1,2,3-cd)pyrene
benzo(a)pyrene	2-méthylanthracène
benzo(b)fluoranthène	naphthalène
benzo(k)fluoranthène	phenanthrene
benzo(ghi)perylene	pyrene
chrysène	

1 000 µg/ml de chaque composé dans le chlorure de méthylène, 1 ml/ampoule
Réf. 31458 (L'unité)

Mélange de congénères de PCB n°2

2,4,4'-trichlorobiphenyl (BZ #28)
2,2',5,5'-tetrachlorobiphenyl (BZ #52)
2,2',4,5,5'-pentachlorobiphenyl (BZ #101)
2,3',4,4',5-pentachlorobiphenyl (BZ #118)
2,2',3,4,4',5'-hexachlorobiphenyl (BZ #138)
2,2',4,4',5,5'-hexachlorobiphenyl (BZ #153)
2,2',3,4,4',5,5'-heptachlorobiphenyl (BZ #180)

10 µg/ml de chaque composé dans l'isooctane, 1 ml/ampoule
Réf. 32294 (L'unité)

Solutions-étalons mono-composé de congénères de PCB

Composé	Solvant	Concentration	Réf. (L'unité)
2,4,4'-trichlorobiphenyl (BZ #28)	I	10	32283
2,2',5,5'-tetrachlorobiphenyl (BZ #52)	I	10	32284
2,2',4,5,5'-pentachlorobiphenyl (BZ #101)	I	10	32285
2,3',4,4',5-pentachlorobiphenyl (BZ #118)	I	10	32293
2,2',3,4,4',5'-hexachlorobiphenyl (BZ #138)	I	10	32286
2,2',4,4',5,5'-hexachlorobiphenyl (BZ #153)	I	10	32287
2,2',3,4,4',5,5'-heptachlorobiphenyl (BZ #180)	I	10	32288
decachlorobiphenyl (BZ #209)	I	10	32289

I = isooctane

Mélange-test pour colonnes Rxi®-XLB (8 composés)

4-chlorophénol	1-méthylanthracène
dicyclohexylamine	n-tétradécane (C14)
acide 2-ethylhexanoïque	n-tridécane (C13)
1,6-hexanediol	1-undécaneol

350 µg/ml de chaque dans le chlorure de méthylène, 1 ml/ampoule
Réf. 35226 (L'unité)

Brevets et marques déposés

Les brevets et marques déposés Restek sont la propriété de Restek Corporation. Les autres marques citées dans la documentation ou sur son site internet, sont détenues par leur propriétaire respectif.



Retrouvez l'ensemble de nos colonnes capillaires GC et étalons analytiques dans notre **catalogue général** ou sur www.restek.fr



RESTEK

Restek France

7, avenue du Général de Gaulle - 91090 Lisses

tél. 01 60 78 32 10

fax 01 60 78 70 90

e-mail : restek@restekfrance.fr

Réf. ENV0312-FRX
© 2012 Restek Corporation.

ISO 9001:2008
cert. # FM80397