

L'apport du couplage chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie de masse (CPG/SM) dans les études environnementales

Y. Gervaise, F. Bacha, F. David, A. Pelluchon et I. Carpentier

SGS Laboratoire Crepin, 2 bis rue Duguay, Trouin 76178 Rouen, France

La spectrométrie de masse couplée à la chromatographie en phase gazeuse (CPG/SM) permet d'effectuer des analyses qualitative et quantitative des polluants présents dans l'eau, l'air et le sol. Des exemples d'application dans le domaine du sol sont décrits. La technique est rendue performante et conviviale par la modulation des paramètres d'acquisition ou d'analyse et par l'automatisation complète.

Pour un laboratoire impliqué dans des études environnementales et d'expertises, le couplage chromatographie gazeuse/spectrométrie de masse (CPG/SM) est la technique indispensable. Il permet entre autres :

- la caractérisation d'une pollution (réhabilitation de site, ...)
- la recherche à l'état de traces d'un ou plusieurs polluants.

Sous différentes configurations, le couplage CPG/SM permet donc de répondre à ces attentes.

Différents modes d'ionisation et d'acquisition

Modes d'ionisation

Le laboratoire est équipé de systèmes CPG/SM quadripolaires pouvant fonctionner :

- en impact électronique (bombardement d'électrons),
- en ionisation chimique en mode positif ou négatif (ionisation d'un gaz réactant).

Modes d'acquisition

Deux modes d'acquisition sont généralement employés :

- le mode spectre complet où l'appareil balaye une gamme de masse,
- le mode SIM (selected ion monitoring) où l'appareil acquiert le courant ionique (TIC) d'un ou quelques ions.

Exemples d'applications

La possibilité de configurer le couplage CPG/SM selon différents modes d'ionisation et d'acquisition permet d'adapter l'appareillage selon les objectifs visés :

- impact électronique et spectre complet pour des screenings qualitatifs
- SIM, impact électronique ou ionisation chimique pour des analyses quantitatives.

Screening qualitatif : spectre complet/ impact électronique

Lors de campagnes de réhabilitation de sites, il est impératif d'identifier les polluants organiques dans les sols ou les eaux souterraines.

Un screening en spectrométrie de masse permet de mieux connaître le type de pollution rencontrée et d'en déterminer les composés traceurs.

Mode opératoire :

- extraction (liquide/liquide ; A.S.E ; Soxhlet).
- Analyse en impact électronique EI 70 eV.

POLLUTION D'UN SOL : RECHERCHE PAR IONS SPECIFIQUES

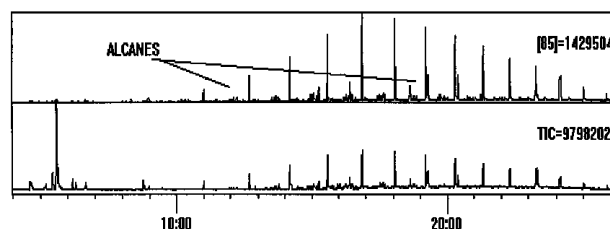


Figure 1. Pollution d'un sol.

Rejet de chlorophénols et chlorobenzènes : impact électronique et SIM

Dans le cadre d'une étude de rejets industriels (sidérurgie) nous avons quantifié ces composés sur différents supports (résines, condensats).

Mode opératoire :

Après acétylation les chlorophénols et chlorobenzènes sont quantifiés en mode SIM (Figs. 2 et 3).

Organo-halogénés volatils : Purge/trap-MS impact électronique et SIM

Directement issue des méthodes EPA (environmental protection agency) cette configuration permet d'atteindre des niveaux de sensibilité très intéressants (ppb).

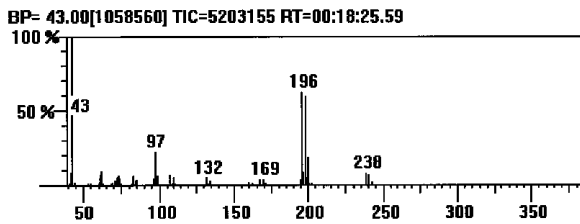


Figure 2. 2, 4, 6 trichlorophenol-acétyle.

Acquisition Table

File Name:

Event 1: Filament Off: Mass Defect: 0.00
 Event 2: Filament On: [AMU/100 AMU]

#	Mass		Parameters		Time	
	Start	End	Table	M S	Scan (ms)	Start End
# 1	62.00	62.00		S	50	00:03:00 00:17:00
# 2	128.00	128.00		S	50	00:03:00 00:17:00
# 3	162.00	162.00		S	50	00:03:00 00:17:00
# 4	170.00	170.00		S	50	00:03:00 00:17:00
# 5	196.00	196.00		S	50	00:03:00 00:17:00
# 6	204.00	204.00		S	50	00:03:00 00:17:00
# 7	232.00	232.00		S	50	00:03:00 00:17:00
# 8	238.00	238.00		S	50	00:03:00 00:17:00

Figure 3. Exemple de table d'acquisition en mode SIM.

Après désorption par un système d'espace de tête dynamique, les analytes sont transférés et condensés (cryogénie) en tête de colonne. Un flash thermique assure enfin l'éluion à travers le système de CPG/SM.

Globalement, cet ensemble Espace de tête dynamique/CPG/SM permet d'associer deux techniques puissantes :

- l'une comme unité de désorption/d'injection,
- l'autre comme unité de détection spécifique.

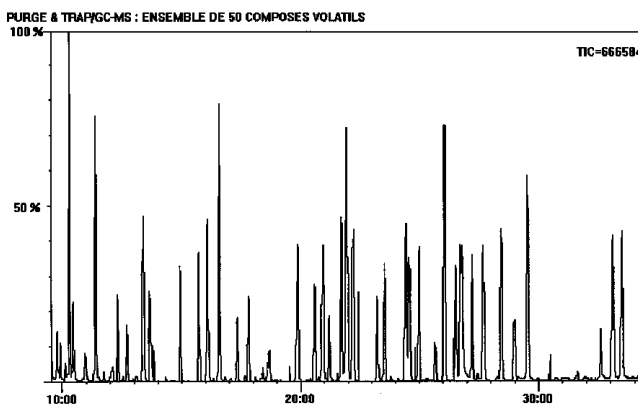
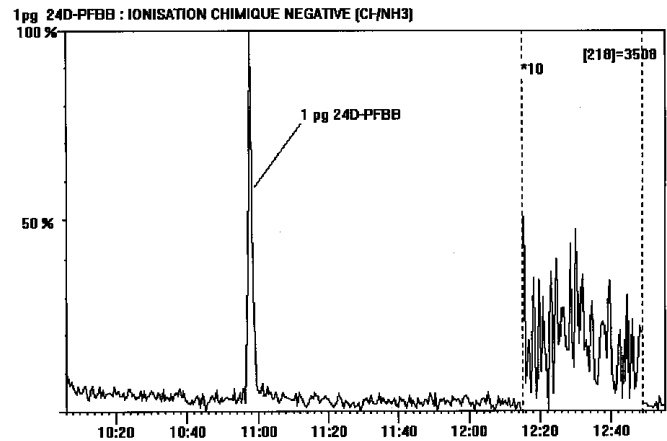


Figure 4. Purge & trap / CPG/SM.

Figure 5. 2, 4 D en Cl- /NH₃.

Pollution d'un sol : quantification du 2,4 D en SIM et ionisation chimique négative (Cl-/NH₃)

Sur des matrices complexes telles que des végétaux, la quantification d'un polluant à l'état de trace peut se révéler difficile en impact électronique.

Si le couplage CPG/SM est performant quant à sa capacité à détecter des familles de composés divers, l'utilisation de l'ionisation chimique est souvent nécessaire pour améliorer la spécificité et souvent la sensibilité pour de nombreux composés rejoignant, ainsi, la sensibilité de détecteurs spécifiques (ECD).

Mode opératoire :

- extraction/purification,
- dérivation (PFBB),
- analyse en ionisation chimique négative (Cl⁻)
- gaz réactant : NH₃.

Conclusion

Ces quelques applications tentent de montrer à quel point la spectrométrie de masse se révèle comme étant un outil analytique indispensable pour mener à bien des études dans les secteurs de l'environnement.

Les possibilités de moduler les paramètres d'acquisition ou d'analyse rendent le système plus performant.

L'automatisation complète, par des logiciels appropriés, des différentes parties du couplage CPG/SM, en font une technique d'analyse plus conviviale.