

Analyse simultanée sur deux colonnes pour confirmation d'identité des pesticides chlorés, phosphorés et azotés par chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie de masse

D. Crowshaw

SGE France, 4 rue du Chemin de Fer, BP. 50, 94192 Villeneuve-St-Georges, France

L'utilisation d'une seconde colonne de confirmation pour l'analyse de pesticides et d'herbicides est devenue essentielle du fait du grand nombre de composants à analyser. Une seule colonne est souvent incapable de résoudre ces mélanges complexes.

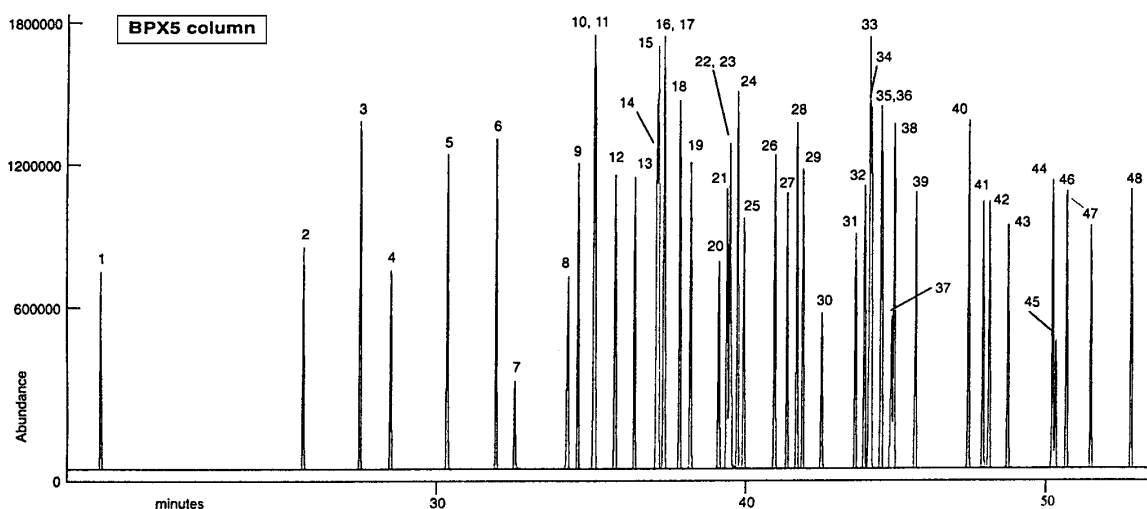
Idéalement, et par rapport à la première colonne, la polarité de la colonne de confirmation doit être très différente afin que les modifications des temps de rétention soient utilisables pour confirmer l'identité des composants. Cependant, dans le passé et à cause des limitations de température et des problèmes d'activité, il était difficile de trouver une colonne polaire qui puisse être utilisée à cet effet.

Le schéma 1 montre l'analyse d'un mélange complexe de pesticides chlorés, phosphorés et azotés réalisée avec des

colonnes de phase BPX5 (équivalent 5 % phényl) et BPX50 (équivalent 50 % phényl).

Ces deux colonnes bénéficient d'une limite supérieure en température identique, 370 °C, et se caractérisent par des niveaux d'activité et de « bleeding » extrêmement faibles améliorant ainsi le ratio signal/bruit et, en conséquence, la quantité minimale détectable de chaque composant.

L'ordre d'éluion des 48 composants extrêmement différent d'un chromatogramme à l'autre, permet de confirmer l'identité des composants. Dans ce cas précis, l'utilisation des données générées par un détecteur spectrométrique de masse assure une confirmation complémentaire de l'identité des composants, qui peut encore être affirmée et affinée par la pratique d'un « specific ion monitoring » (SIM).



Phase: BPX5, BPX50 - 0.25µm
 Column: 30m x 0.25mm ID
 Initial Temp.: 50°C, 1min
 Rate 1: 4°C/min
 Final Temp.: 280°C, 1.5min
 Detector: 5973 MSD
 Injector Mode: Splitless, 0.50min
 Carrier Gas: He, 33cm/sec
 Injection Volume: 0.5µL

1. DDVP	14. ECP	27. Pendimetaline	40. Mepron:1
2. Etridiazole	15. MBPMC	28. Isofenfos	41. Chloronitrofen
3. Chloroneb	16. Bromobutide	29. Methyl-Dymron	42. EDDP
4. Molinate	17. MEP-ox	30. Captan	43. EPN-ox
5. BPMC	18. Tolclophos-Methyl	31. Butamifos	44. Pyridaphenthion
6. Benfluralin	19. Simetryn	32. Napropamide	45. Iprodione
7. Pencycurone	20. MEP	33. Flutolurnil	46. EPN
8. Simazin	21. Esprocarb	34. Prethirachlor	47. Bifenox
9. Diazinon-ox	22. Malathion	35. Isoxathon-ox	48. Mefenacet
10. Propyzamide	23. Probenazole	36. Isoprothiolane	
11. Diazinon	24. Chloropyrifos	37. Tricyclazole	
12. TPN	25. Thiobancarb	38. Buprofezine	
13. IBP	26. Fthalide	39. Isoxathion	

Schéma 1a

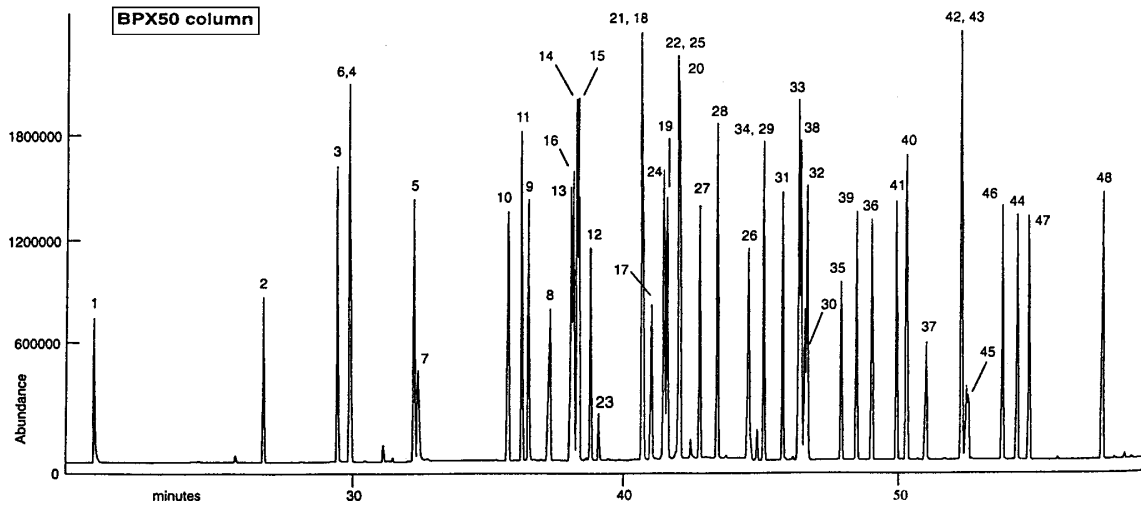


Schéma 1b