



# Évaluation de l'inertie des injecteurs GC avec des étalons de référence "Snap & Shoot" d'endrine et de DDT

Il existe différentes manières de déterminer l'inertie des systèmes de chromatographie. L'un des essais les plus rigoureux pour les injecteurs GC consiste à utiliser de faibles concentrations de dichlorodiphényltrichloroéthane (DDT) et d'endrine comme indicateurs d'inertie. Ces pesticides figurent dans la liste des analytes d'intérêt de plusieurs méthodes d'analyses environnementales, mais lorsque les instruments sont assez sensibles pour les détecter au niveau des ppb ou des ppt (par exemple, GC-ECD, GC-MS/MS), ils peuvent aussi servir d'excellents indicateurs de l'inertie d'un injecteur GC. Ils sont moins utiles pour les détecteurs moins sensibles (par exemple, GC-FID), où les concentrations détectables d'endrine et de DDT sont bien plus élevées. Toutefois, à des concentrations de l'ordre du ppb, ces deux composés sont excellents pour révéler l'inertie réelle des injecteurs GC. Restek propose un étalon de référence pratique, préparé aux concentrations appropriées et prêt à l'emploi.

## Pourquoi l'endrine et le DDT ?

L'endrine et le DDT sont d'excellents indicateurs de l'inertie des injecteurs. Si l'inertie du circuit d'échantillon du GC n'est pas parfaite, l'endrine et le DDT subiront probablement une dégradation dans l'injecteur. Selon le type de sites actifs présents dans l'injecteur et leurs degrés d'activité, la réponse de l'endrine et du DDT va diminuer en raison de leur dégradation. La preuve de cette dégradation apparaît normalement sur le chromatogramme sous la forme de pics distincts.

Les réactions chimiques génèrent des produits prévisibles. Pour l'endrine, l'ouverture de l'anneau époxyde présent dans l'endrine génère de l'endrine aldéhyde et de l'endrine cétone, en particulier en présence de sites actifs acides. Le DDT peut être converti en DDE (déshydrochloration) et en DDD (déchloration). En cas d'activité extrême dans l'injecteur, l'endrine et le DDT peuvent être entièrement dégradés en ces produits et en d'autres produits qui représentent d'autres réactions survenant dans l'injecteur.

Lorsque l'injecteur contient des sites actifs pouvant réagir avec l'endrine ou le DDT, les produits de ces réactions chimiques se forment avant la colonne GC, c'est pourquoi ils apparaissent sous la forme de pics fins et souvent symétriques. Lorsqu'ils atteignent ensuite la colonne analytique, ils font l'objet d'une séparation chromatographique comme tous les autres composés injectés dans l'instrument.

Ces produits apparaissant sous la forme de pics distincts, ils peuvent être surveillés. Leur présence permet d'évaluer le degré de dégradation dû à l'activité de l'injecteur GC, cette mesure est un marqueur fort de l'inertie globale d'un injecteur GC.

La méthode US EPA 508.1 est un exemple de méthode fondée sur ce comportement. Comme d'autres méthodes, elle propose un protocole de qualification des instruments avant leur utilisation. Ce protocole permet de vérifier que l'injecteur est suffisamment inerte pour la recherche de pesticides dans les échantillons. Mais cette technique n'est pas seulement utile aux analystes qui utilisent cette méthode spécifique.

## Vérification de l'inertie du circuit analytique avec la solution-étalon pour le contrôle de la dégradation 508.1

La méthode US EPA 508.1 combine l'extraction liquide-solide sur disque et la chromatographie en phase gazeuse (GC) sur colonne capillaire avec injection flash, elle utilise aussi un détecteur à capture d'électrons (ECD). Elle est extrêmement sensible aux composés halogénés comme l'endrine et le DDT. Cette méthode permet d'analyser de faibles concentrations (pg dans la colonne) de pesticides halogénés dans l'eau potable. La dégradation (décomposition) des pesticides est vérifiée avant l'analyse et au moins toutes les 12 heures pendant une même séquence d'échantillons. Cette vérification implique d'injecter un étalon d'endrine et de DDT, puis de calculer le "pourcentage de dégradation". Restek propose un étalon de référence qui permet de tester l'inertie de l'injecteur, la solution-étalon de contrôle de la dégradation 508.1. Cet étalon s'utilise sans dilution supplémentaire car il contient déjà les niveaux de concentration de souhaités pour l'endrine et le DDT.

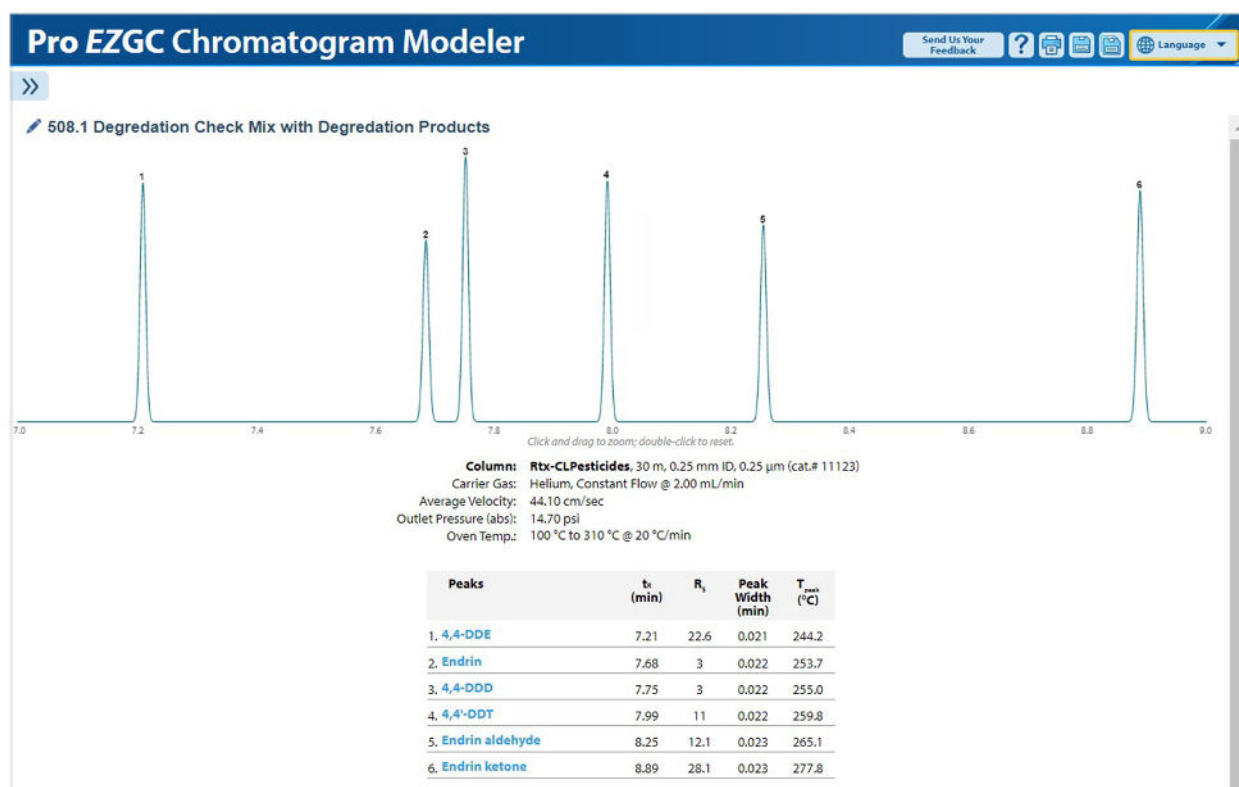
$$\% \text{ de dégradation de l'endrine} = \left( \frac{\text{Surface du pic d'Endrine Aldehyde} + \text{Surface du pic d'Endrine Cétone}}{\text{Surface du pic d'Endrine Aldehyde} + \text{Surface du pic d'Endrine Cétone} + \text{Surface du pic d'Endrine}} \right) \times 100 \%$$

$$\% \text{ de dégradation du DDT} = \left( \frac{\text{Surface du pic de DDD} + \text{Surface du pic de DDE}}{\text{Surface du pic de DDD} + \text{Surface du pic de DDE} + \text{Surface du pic de DDT}} \right) \times 100 \%$$

Mode de calcul des dégradations :

Dans le cas de la méthode US EPA 508.1, si la dégradation du DDT ou de l'endrine dépasse 20 %, un entretien de l'injecteur et de la colonne est nécessaire pour restaurer les performances. C'est une bonne règle de base pour quiconque souhaite utiliser cet étalon de référence pour évaluer l'inertie de l'injecteur GC. Le modélisateur de chromatogramme Pro EZGC de Restek peut aider à déterminer les temps d'élution de ces composants pour une méthode ou une colonne Restek particulière. L'endrine et le DDT doivent être séparés des composés résultant de leur dégradation pour garantir l'exactitude des calculs (voir Figure 1).

**Figure 1 :** Temps d'élution affichés dans le logiciel Pro EZGC de Restek.



## Conclusion

L'endrine et le DDT ont été choisis spécifiquement pour la méthode US EPA 508.1 car ils sont sensibles aux sites actifs présents à l'intérieur des injecteurs et qu'ils exigent une forte inertie pour traverser l'injecteur sans dégradation. Les performances pour ces pesticides ont une implication qui dépasse l'inertie vis-à-vis du DDT et de l'endrine. De mauvaises performances (forte dégradation) pour ces pesticides prédisent des problèmes semblables pour d'autres analytes sensibles. Les laboratoires qui ne travaillent pas dans le domaine environnemental peuvent aussi vérifier l'inertie du circuit d'échantillon au moyen de ce test. Les méthodes de désactivation des inserts comme les inserts Topaz de Restek utilisent des compositions chimiques complexes pour empêcher les interactions et la dégradation des analytes dans l'injecteur. Chaque lot d'inserts Topaz est testé avec le DDT et l'endrine pour démontrer leur inertie et pour prouver qu'il convient aux applications les plus exigeantes. La solution-étalon de contrôle de la dégradation 508.1 de Restek permet d'évaluer facilement l'inertie de l'injecteur du GC.

Pour toute question concernant l'utilisation de l'endrine et du DDT comme indicateurs de l'inertie des injecteurs ou pour obtenir de l'aide pour la préparation des échantillons ou pour l'analyse, contactez notre service technique.



### Solution-étalon de contrôle de la dégradation en GC

(2 composés)

4,4'-DDT (50-29-3)

Endrine (72-20-8)

Concentration, solvant et volume	Étalon certifié (CRM) ?	Péremption minimale à expédition	Péremption maximale à expédition	Conditions d'expédition	Temp. de conservation	Qté	Réf.
100 µg/ml de chaque composé dans l'acétate d'éthyle, 1 ml/ampoule	Oui	6 mois	52 mois	à température ambiante	≤ 10°C	L'unité	32093