

Note d'application Axcend – Analyse des BTEX dans l'eau

DETERMINATION DES TRACES DE BTEX DANS L'EAU À L'AIDE D'UN SYSTEME HPLC PORTABLE

INTRODUCTION

L'analyse de traces de composés en chromatographie liquide haute performance (HPLC) capillaire avec détection UV sur la colonne est un défi en raison de la faible longueur de trajet du détecteur. Les colonnes installées dans la cartouche du système Axcend Focus LC ont des diamètres internes compris entre 0,15 et 0,25 mm pour une détection sur la colonne. Cette longueur de détection est inférieure aux longueurs de trajet de 1 à 10 mm dans la plupart des systèmes HPLC. Une façon de compenser cette limitation est d'injecter une plus grande quantité d'échantillon sur la colonne.

Cette note d'application montre comment des niveaux faibles de benzène, toluène, éthylbenzène et xylènes (BTEX) peuvent être déterminés dans l'eau grâce à l'utilisation de volumes d'injection relativement importants. La vanne d'injection standard du système délivre généralement un volume d'injection de 40 nL. En remplaçant cette vanne par une boucle d'échantillonnage externe plus grande, il est possible d'injecter des volumes d'échantillon supérieurs à 200 nL.

RESUME

Cette note d'application illustre l'utilisation du système HPLC capillaire portable Axcend Focus LC pour analyser les composés BTEX dans l'eau, avec une boucle d'injection externe de 5 µL et une détection par absorption UV à 255 nm.

DÉTAILS DE L'APPLICATION

Analyses successives des BTEX dans un échantillon d'eau. Les concentrations sont de 6, 4, 2, 1, 0.5 et 0 ppm de haut en bas pour chaque composé.

Pour utiliser un volume d'injection relativement grand dans un système chromatographique, l'échantillon doit être dans une matrice ayant une faible force d'élution par rapport à la phase mobile au début de l'analyse. Avec une rétention parfaite, les limites de détection diminuent proportionnellement à l'augmentation du volume d'échantillon injecté dans la colonne. Ainsi, avec une boucle de 5 µL, les limites de détection sont 125 fois plus faibles qu'avec une boucle de 40 nL.

Cependant, une boucle d'injection de grande capacité a deux conséquences importantes :

1. **Le temps de chargement de l'échantillon** : L'analyse doit prévoir suffisamment de temps pour charger l'échantillon dans la colonne. La phase mobile, l'échantillon et les analytes peuvent avoir différentes viscosités, ce qui influence leur migration à travers la colonne et peut entraîner des variations du temps de rétention.
2. **L'impact du volume d'injection sur le temps de rétention** : Un volume d'injection élevé prolonge le temps d'attente avant que le gradient n'atteigne la colonne, ce qui affecte la chromatographie.

Pour atténuer ces effets, un temps d'équilibrage isocratique initial doit être suffisant pour permettre l'élimination complète de l'échantillon précédent et le rétablissement de la

composition initiale de la phase mobile dans la colonne. De plus, retirer la boucle d'échantillonnage du circuit de la phase mobile après un temps suffisant permet de réduire le volume mort du système et d'accélérer l'arrivée du gradient à la colonne.

Le fonctionnement sous **régulation de pression** stabilise plus rapidement les conditions chromatographiques qu'une régulation du débit. Retirer la boucle d'échantillonnage du circuit avant de démarrer le gradient garantit également qu'elle est toujours remplie d'un solvant ayant une force d'éluion faible avant la prochaine analyse. Si la boucle contient de l'acétonitrile en fin d'analyse, des sels ou d'autres composants solubles uniquement dans l'eau peuvent précipiter lors de l'injection suivante, pouvant entraîner une obstruction temporaire ou permanente de la colonne. Il est donc essentiel de **filtrer les échantillons avant l'analyse** pour éviter ces blocages.

CONCLUSION

Les données quantitatives obtenues lors de ces analyses sont proches des limites de détection, mais elles présentent une bonne reproductibilité et linéarité. Les résultats montrent une linéarité satisfaisante des aires de pics et des hauteurs de pics pour le benzène, le toluène, l'éthylbenzène et les xylènes. Ces observations démontrent que l'utilisation du système HPLC capillaire portable Axcend Focus LC pour l'analyse des composés BTEX dans l'eau est une approche viable.

COURBES DE CALIBRATION