

Détermination de l'acrylamide dans l'eau par chromatographie en phase gazeuse (GÇ) = Determination of acrylamide in water by gas chromatography

Autor(en): **Martin, E. / Samec, J. / Vogel, J.**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène**

Band (Jahr): **81 (1990)**

Heft 3

PDF erstellt am: **08.08.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-982619>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.

Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.

Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Kurze Mitteilung – Communication brève

Détermination de l'acrylamide dans l'eau par chromatographie en phase gazeuse (GC)

Determination of Acrylamide in Water by Gas Chromatography

E. Martin, J. Samec et J. Vogel
Laboratoire cantonal de chimie, Genève

Principe

L'échantillon d'eau est soumis à une bromuration. Il se forme du dibromo-2,3 propionamide (DBPA). Ce composé est extrait, le cas échéant purifié, transformé en monobromo-2 propènamide (MBPA) qui est finalement dosé par chromatographie en phase gazeuse (1–3).

Partie expérimentale

Réactifs

- Acétate d'éthyle, benzène, acétone et éther diéthylique, tous de qualité puriss. et redistillés.
- Acide bromhydrique min. 47% puriss.
- Brome pur, DAB 6.
- Solution saturée de brome: Dans une fiole conique de 100 ml à bouchon rodé, verser 50 ml d'eau distillée, puis ajouter goutte à goutte du brome jusqu'à saturation (présence de brome liquide en excès).
- Bromure de potassium puriss., calciné à 650 °C.
- Thiosulfate de sodium 5-hydrate puriss.
- Triéthylamine puriss.
- Solution de triéthylamine à 5% dans l'acétate d'éthyle.
- Florisil pour chromatographie: Suspendre 50 g dans 1 litre d'eau distillée bouillante et laisser décanter. Jeter le surnageant, filtrer et sécher 24 h à

110 °C. Activer 2 h à 620 °C. Laisser refroidir sur pentoxyde de phosphore pour dessiccateur. Transférer le produit dans un poudrier en verre.

- Pentoxyde de phosphore pour dessiccateur.
- Acrylamide pour électrophorèse.
- Dibromo-2,3 propionamide (substance de référence): Dans une fiole conique de 250 ml contenant un barreau agitateur magnétique, peser 5 g d'acrylamide, et 7,5 g de bromure de potassium. Sous agitation, ajouter 50 ml d'eau distillée, et 3 gouttes d'acide bromhydrique. A partir d'une ampoule à décanter ajouter le brome goutte à goutte jusqu'à persistance d'une coloration jaune. Laisser reposer plusieurs heures à 0 °C et à l'obscurité. Ajouter du thiosulfate de sodium solide ou en solution jusqu'à décoloration. Filtrer le précipité sur verre fritté et le laver brièvement à l'eau froide. Dissoudre à chaud dans 50 ml de benzène et filtrer pour éliminer les sels minéraux insolubles. Laisser refroidir à température ambiante puis mettre au minimum 1 h au réfrigérateur (0–4 °C). Répéter l'extraction avec 50 ml de benzène. Vérifier la pureté du DBPA en prenant son point de fusion (132 °C). La masse molaire du DBPA est de 228,90 g/mol.

Appareillage

- Evaporateur rotatif
- Chromatographe gaz-liquide avec détecteur à capture d'électrons et colonne capillaire en silice fondue de 60 m de long et 0,32 mm de diamètre externe. La phase stationnaire est un film de type SE 54 d'une épaisseur de 0,25 μm .
- Colonnes chromatographiques en verre: 2 cm de diamètre, filtre en verre fritté de porosité P2 et clef PTFE.

Mode opératoire

A 50 ml d'eau à analyser, dans un entonnoir à décanter de 100 ml, ajouter 7,5 g de bromure de potassium, quelques gouttes d'acide bromhydrique et 2,5 ml de solution saturée de brome. Laisser agir 1 heure à l'obscurité. Ajouter du thiosulfate de sodium jusqu'à disparition de la coloration jaune. Extraire avec 2 portions de 20 ml chacune d'acétate d'éthyle. A une fraction aliquote des extraits combinés dans l'acétate d'éthyle, ajouter un volume de triéthylamine tel que sa concentration atteigne 5%. Laisser agir 30 minutes à température ambiante. Dans ces conditions la transformation du DBPA en MBPA est complète. La solution ainsi obtenue est stable et peut être conservée plusieurs jours avant d'être injectée dans le chromatographe.

Remarque

Une purification de l'extrait dans l'acétate d'éthyle peut s'avérer indispensable si l'on travaille avec une eau chargée en composés susceptibles d'être bromés

(cela n'est pas nécessaire pour l'eau de boisson). Dans ce cas évaporer l'acétate d'éthyle et reprendre le résidu dans 50 ml de benzène. Mettre en suspension 5 g de Florisil dans 50 ml de benzène et verser le tout dans une colonne. Laisser écouler le benzène jusqu'à ce que le niveau atteint se situe juste au-dessus du Florisil. Introduire délicatement l'extrait benzénique contenant le DBPA. Régler le débit entre 2 et 3 ml/minute. Laver la colonne avec 50 ml de mélange éther diéthylique-benzène (1 + 4). Eluer le DBPA avec 30 ml de mélange acétone-benzène (2 + 3). Récolter l'éluat dans un ballon à fond rond et chasser le solvant par évaporation sous pression réduite.

Conditions chromatographiques: Température initiale 110 °C; temps initial 6 minutes; gradient de 5 °C/minute; température finale 270 °C.

Températures: injecteur 250 °C, détecteur 350 °C.

Gaz porteur: azote; pression d'entrée 170 kPa (25 Psi); débit 1,2 ml/minute; débit pour le gaz d'appoint ECD 40 ml/minute.

Dans ces conditions, les temps de rétention pour le MBPA et le DBPA sont respectivement de 5,1 et 13,8 minutes. Il est conseillé d'injecter deux fois les solutions. Un essai avec un ajout d'acrylamide à une concentration double de celle qui peut être estimée dans l'eau est recommandé. La limite de détection du DBPA rapportée à l'acrylamide est de 1 µg/l.

Résumé

Une méthode GC avec détection ECD est proposée pour la détermination de l'acrylamide dans l'eau. L'échantillon d'eau est soumis à une bromuration. Le dibromo-2,3 propionamide formé est extrait, purifié (si nécessaire) puis transformé en monobromo-2 propénamide qui est chromatographié. La limite de détection rapportée à l'acrylamide est de 1 µg/l.

Zusammenfassung

Es wird eine GC-Methode mit ECD für die Bestimmung von Acrylamid in Wasser vorgeschlagen. Die Wasserprobe wird mit Brom behandelt. Das entstehende 2,3-Dibrompropionamid wird extrahiert, gereinigt (wenn notwendig), in 2-Monobrompropenamid umgesetzt und chromatographiert. Die Nachweisgrenze für Acrylamid liegt bei 1 µg/l.

Summary

A GC method with ECD is proposed for the determination of acrylamide in water. The water sample is brominated. The 2,3-dibromo propionamide formed is extracted, purified (if necessary) and finally transformed in 2-monobromo propenamid which is chromatographed. The detection limit for acrylamide is 1 µg/l.

Bibliographie

1. *Andrawes, F., Greenhouse, S. and Draney, D.*: Chemistry of acrylamide bromination for trace analysis by gas chromatography and gas chromatography-mass spectrometry. *J. Chromatogr.* **399**, 269–275 (1987).
2. *Hashimoto, A.*: Improved method for the determination of acrylamide monomer in water by means of gas-liquid chromatography with an electron-capture detector. *Analyst* **101**, 932–938 (1976).
3. *Croll, B. T. and Simkins, G. M.*: The determination of acrylamide in water by using electron capture gas chromatography. *Analyst* **97**, 281–288 (1972).

Dr E. Martin
Dr J. Samec
Dr J. Vogel
Laboratoire cantonal de chimie
Case postale 166
CH-1211 Genève 4