

SRA Instruments - Application Note # 0141106

DETERMINAZIONE DI IDROCARBURI POLICICLICI AROMATICI IN ACQUE A LIVELLO DI PPT TRAMITE SBSE

STRUMENTAZIONE E MATERIALI

Twister®: Film = 0,5 mm; lunghezza = 20 mm;

GC Agilent Technologies 6890N equipaggiato con sistema di iniezione Gerstel TDU/CIS4

MSD Agilent Technologies 5973

Colonna: 5% phenyl – 95% dimethylploysiloxane

Le specifiche dettagliate relative ai materiali utilizzati ed alle condizioni operative sono disponibili dietro richiesta

INTRODUZIONE

Le metodiche attualmente più utilizzate per la determinazione di microinquinanti organici (PAH nella fattispecie), fanno uso di preparative classiche basate su estrazione liquido/liquido o in fase solida.

La tecnica di recente introduzione denominata Stir Bar Sorptive Extraction (SBSE), consente di unire ad una elevata automazione dell'intero processo di preparazione del campione, l'incremento di sensibilità derivante dal desorbimento termico del mezzo estrattivo.

In sintesi, la procedura prevede l'introduzione in un volume di campione, variabile tra 10 e 100 ml, di una ancoretta magnetica (Twister®) ricoperta da una fase estraente (polidimetilsilossano, PDMS). L'intero processo estrattivo si riduce all'agitazione del campione protratta fino al raggiungimento dell'equilibrio di ripartizione di ciascun analita tra la matrice e la fase estraente.

Tale equilibrio, regolato in prima approssimazione dalla costante di ripartizione ottanolo/acqua ($K_{o/w}$) tipica di ciascuna molecola, è influenzato da vari fattori (salinità, presenza di solventi idrosolubili, tensioattivi, ecc...); l'ottimizzazione dei vari parametri consente, nel caso in esame, di ottenere recuperi maggiori del 90% per PAH C₁₄ – C₂₂, con limiti di rilevabilità di 0,5 ng/l.

Nella presente nota applicativa è stato preso in esame l'elenco dei PAH compresi nel DM 367 (ad eccezione del naftalene, determinabile via P&T), integrato con gli altri policiclici C_{≥14} presenti nella miscela standard utilizzata.

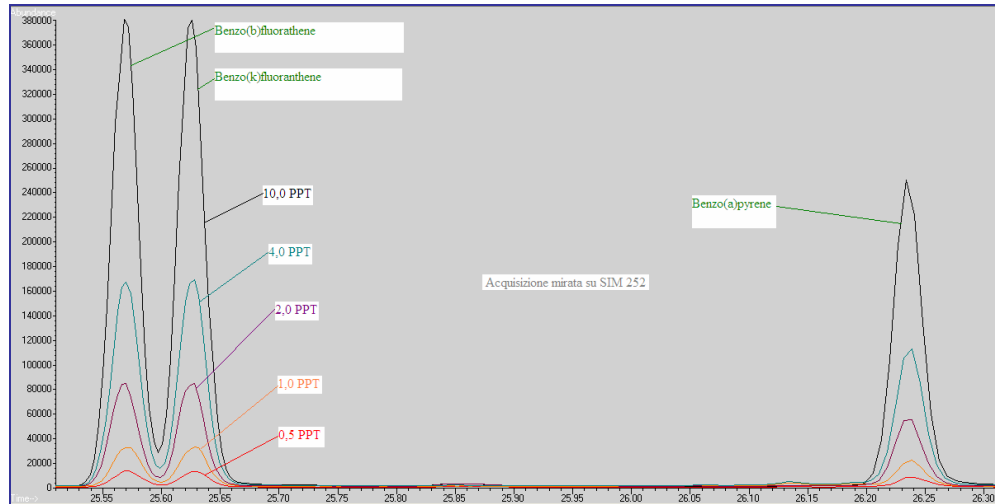


Si ringrazia la Dottorssa Cocco dei laboratori ARPA di Cagliari per avere messo a disposizione la strumentazione in figura, con la quale sono stati ottenuti i dati utilizzati nella presente nota applicativa.

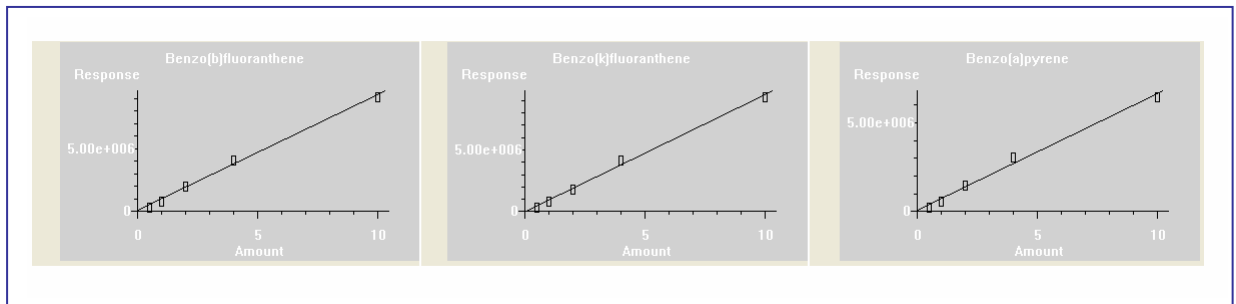


RISULTATI

I dati presentati in questa sperimentazione sono stati ottenuti da campioni sintetici preparati in laboratorio, aggiungendo una matrice costituita da acqua minerale con quantità differenti di una soluzione metanolica di PAH.

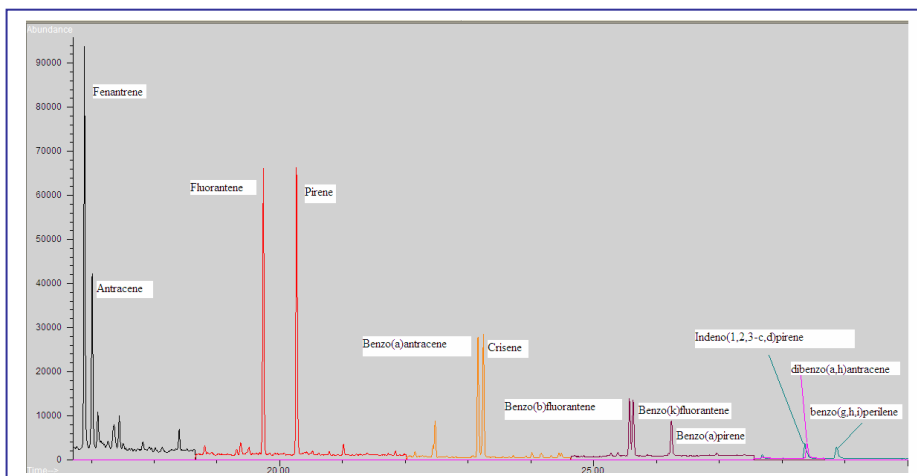


In figura viene riportato un estratto della serie di cromatogrammi relativi alla costruzione della retta di calibrazione, dal quale si ha l'evidenza della linearità di risposte:



SEGNALE/RUMORE

Dall'iniezione di uno standard avente concentrazione pari a 0,50 ng/l, inferiore al limite di legge, si ottiene il seguente tracciato. In tabella vengono riportati i rapporti S/N relativi a ciascuna molecola :

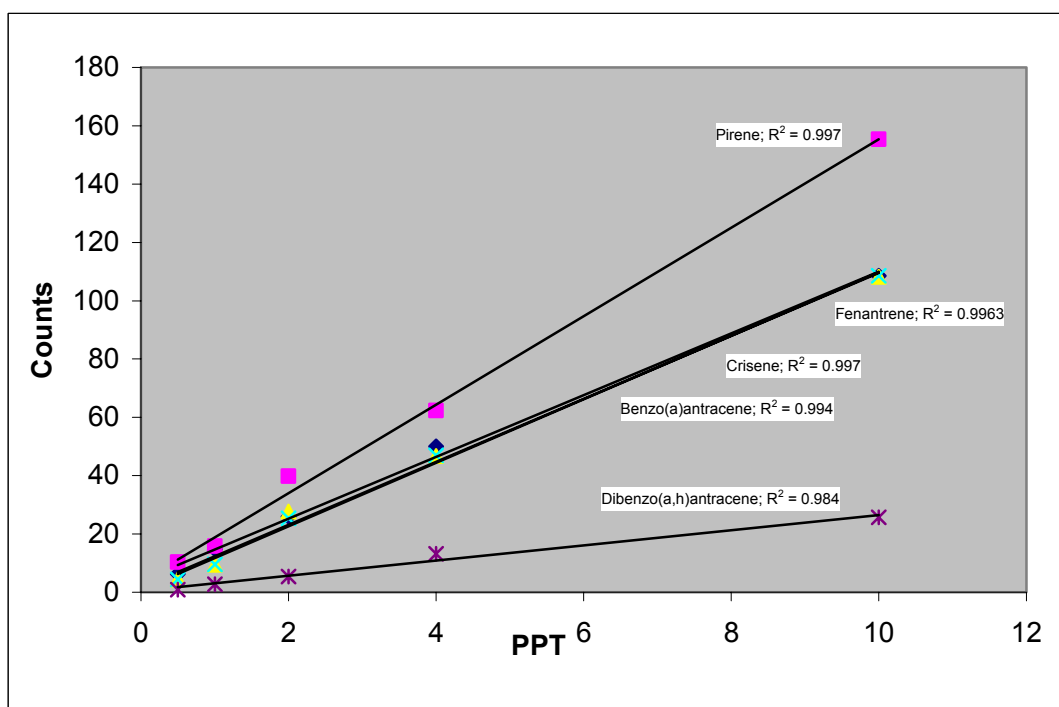
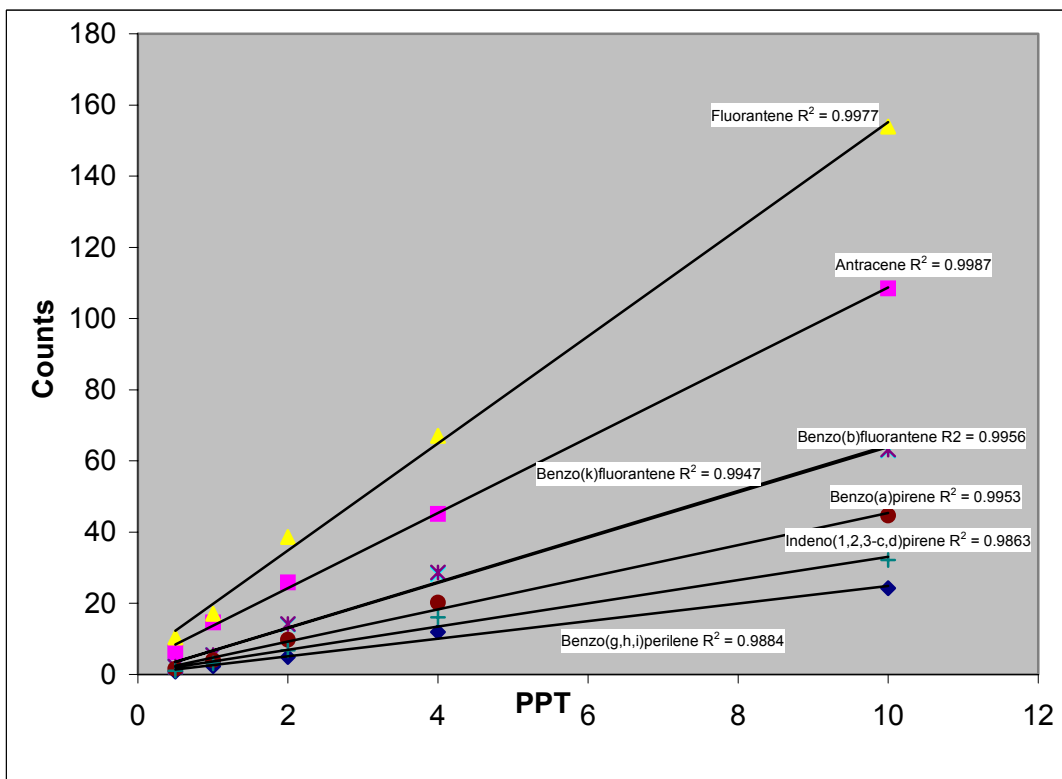


Phenanthrene	520
Anthracene	230
Fluoranthrene	460
Pyrene	450
Benzo(a)anthracene	225
Chrysene	240
Benzo(b)fluoranthene	190
Benzo(k)fluoranthene	180
Benzo(a)pyrene	150
Indeno(1,2,3-cd)pyrene	150
Dibenzo(a,h)anthracene	100
Benzo(g,h,i)perylene	120



LINEARITA'

È stata costruita una retta di calibrazione con concentrazioni pari a 0,5 – 1,0 – 2,0 – 4,0 – 10,0 PPT;
Vengono di seguito riportate le curve ottenute ed i relativi coefficienti di correlazione:





RIPRODUCIBILITA'

Vengono riportate le Dev.St.% riferite agli standard non deuterati (tre iniezioni; [STD] = 2 PPT, [IS] = 2 PPT), ed ai deuterati (10 iniezioni; [IS] = 2 PPT, [STD] = 0,5 ÷ 10 PPT)

Molecola	Dev.St.%	Molecola	Dev.St.%	Molecola	Dev.St.%
Anthracene	10.3	Benzo(a)pyrene	5.3	Phenanthrene-D10	21.1
Fluoranthrene	8.0	Indeno(1,2,3-cd)pyrene	3.5	Chrysene-D12	16.3
Benzo(b)fluoranthene	4.8	Benzo(g,h,i)perylene	7.9	Perylene-D12	16.2
Benzo(k)fluoranthene	1.7				

CONCLUSIONI

Il metodo unisce, come auspicato, una elevata possibilità di automazione ad una preparativa decisamente limitata; fornendo ottime garanzie in termini di riproducibilità, sensibilità e linearità. Inoltre, le specifiche dell'intera procedura ne rendono del tutto plausibile l'estensione ad una vasta gamma di molecole, (pesticidi, PCB, alofenoli ecc.), a patto che le Ko/w siano sufficientemente elevate.