

ESTRAZIONE E IDENTIFICAZIONE DI COMPOSTI ORGANICI VOLATILI DALL'ACQUA IN 70 SECONDI UTILIZZANDO SPME E UN GC-TMS PORTATILE

Christopher R. Bowerbank, Tiffany C. Wirth and Douglas W. Later, Torion Technologies Inc.

Abstract

La siringa per microestrazione in fase solida (SPME) CUSTODION™ è stata utilizzata per campionare e concentrare rapidamente i composti organici volatili (VOC) dall'acqua in 5 s. I VOC sono stati analizzati in modo rapido e affidabile in circa 70 s utilizzando lo spettrometro di massa toroidale a trappola ionica con gascromatografo capillare portatile GUARDION™-7 (GC-TMS).

Introduzione

Molti tipi di matrici idriche ambientali vengono regolarmente testati per i VOC preoccupanti utilizzando il metodo EPA 624 [1]. Utilizzando una siringa CUSTODION™ SPME per il campionamento e il portatile GUARDION™-7 GC-TMS per l'analisi, lo screening rapido dei campioni di VOC sul campo o in laboratorio è rapido e affidabile. L'estrazione SPME consente un'analisi tempestiva degli analiti bersaglio volatili che potrebbero andare persi durante il trasporto e lo stoccaggio. Composti come il benzene, il toluene e l'etilbenzene sono suscettibili di degradazione biologica in determinate condizioni ambientali in cui la sola refrigerazione potrebbe non essere adeguata per conservare questi composti nelle acque reflue per più di sette giorni [1]. La capacità di eseguire analisi in loco o uno screening rapido immediato al ricevimento dei campioni da parte del laboratorio mediante GC-TMS determina un rilevamento accurato di tali analiti poiché le perdite volatili sono ridotte al minimo.

Condizioni sperimentali

La siringa per campionamento CUSTODION™ SPME utilizza una fibra di 1 cm rivestita con un film di polimero liquido, assorbente solido o una combinazione. La fibra SPME intrappola gli analiti target da aria, spazio di testa, liquidi o campioni solidi disciolti. Il gruppo fibra CUSTODION SPME è alloggiato all'interno di una siringa resistente che può essere utilizzata in ambienti difficili con una sola mano. Per questa applicazione, è stato utilizzato un rivestimento di 65 µm di fase SPME divinilbenzene/polidimetilsilossano (DVB/PDMS) (Supelco Analytical, Bellefonte, PA) per estrarre composti volatili da un campione di acqua addizionato con 25 contaminanti ambientali elencati nel metodo EPA 624.

Il campione di acqua è stato addizionato con ciascun composto volatile ad una concentrazione di $^{\sim}$ 0,04 µg/µL. La fibra CUSTODION SPME è stata immersa direttamente nel campione di acqua per 5s. La fibra CUSTODION

SPME è stata quindi inserita nella porta di iniezione a bassa massa termica (LTM) del sistema GUARDION™-7 GC-TMS dove i VOC si sono desorbiti rapidamente dalla fibra SPME nel GC. Il GC LTM con programmazione della temperatura ad alta velocità (50-270 C a 2°C/s) ha fornito una rapida separazione degli analiti target. La colonna capillare era un MTX- $5, 5 \text{ m} \times 0.1 \text{ mm}, 0.4 \text{ } \mu\text{m} \text{ } df \text{ } (\text{Restek, Bellefonte,})$ PA). È stato utilizzato un gas di trasporto di elio ad altissima purezza a 0,7 ml/min. Il setpoint della temperatura dell'iniettore era di 270 · C. Lo spettrometro di massa toroidale in miniatura ha rilevato gli analiti e ha fornito uno spettro di massa per ciascun analita target che è stato confrontato con gli spettri della libreria precaricati per l'identificazione automatizzata. Tutti i 25 VOC target nel campione sono stati identificati positivamente.

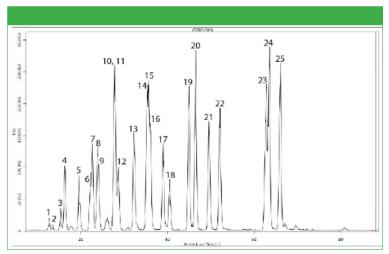


Figure 1: Chromatograph of 25 VOCs extracted from a water sample. Peak identifications: 1) 1,1-dichloroethylene; 2) Dichloromethane; 3) Trans-1,2-dichloroethylene; 4) 1,1-dichloroethane; 5) Chloroform; 6) 1,1,1-trichloroethane; 7) 1,2-dichloroethane; 8) Carbon Tetrachloride; 9) Benzene; 10) Trichloroethylene; 11) 1,2-dichloropropane; 12) Bromodichloromethane; 13) 1,3-dichloro, 1-propene (z); 14) 1,3-dichloro, 1-propene (e); 15) Toluene; 16) 1,1,2-trichloroethane; 17) Dibromochloromethane; 18) Tetrachloroethylene; 19) Chlorobenzene; 20) Ethylbenzene; 21) Bromoform; 22) 1,1,2,2-tetrachloroethane; 23) 1,3-dichlorobenzene; 24) 1,4-dichlorobenzene; 25)1,2-dichlorobenzene

Risultati

La Figura 1 mostra la separazione GC-TMS di 25 VOC aggiunti ad un campione d'acqua di rubinetto. Utilizzando un rapido gradiente di temperatura del GC, la separazione è stata ottenuta in ~70 s, con un tempo di ciclo totale tra i campioni di ~2,5 min.

Conclusioni

La siringa CUSTODION™ SPME e GUARDION™-7 GC-TMS sono particolarmente adatti per lo screening sul campo o in laboratorio di VOC e altri composti organici per supportare un rapido processo decisionale per la qualificazione del campione. I risultati del campione possono essere ottenuti in circa 1 min.

Ringraziamenti

CUSTODION™ e GUARDION™ sono marchi registrati di Torion Technologies Inc.

Le siringhe CUSTODION SPME sono prodotte e vendute su licenza di (1) Brigham Young University con domanda di brevetto USA 11/379.716 e (2) SUPELCO con brevetto USA 5.691.206, e/o qualsiasi sua divisione, continuazione o revisione.

Bibliografia

[1] 40 CFR Chapter 1 (7-1-07 edition), Appendix A to Part 136, Methods for Organic Chemical Analysis of Municipal and Industrial Wastewater, Method 624-Purgeables.

