SCREENING RAPIDO IN LOCO MTBE E BTEX DI ACQUE SOTTERRANEE CONTAMINATE MEDIANTE METODOLOGIA PORTATILE SPME-GC/MS

Introduzione

Metil-terz-butil etere (MTBE) e la combinazione di benzene, toluene, etilbenzene e xileni (BTEX), vengono regolarmente monitorati nel suolo e nelle acque sotterranee per determinare se si è verificata una contaminazione da petrolio a causa di deflussi industriali o effluenti di acque reflue, al fine di proteggere gli affluenti locali e la proprietà circostante [1-2]. Per i programmi di monitoraggio ambientale industriale, la capacità di analizzare rapidamente i campioni prelevati dal suolo e dalle fonti idriche vicine è fondamentale per la protezione dell'ambiente.

La capacità di analizzare i campioni alla fonte, senza la necessità di analisi di laboratorio fisse, può comportare notevoli risparmi di tempo e costi e, in caso di fuoriuscita, può portare a tempi di risposta migliori.

Il campionamento mediante la siringa Custodion® SPME, con separazione e analisi mediante il GC/MS portatile Torion® T-9, consente l'estrazione e l'analisi del campione rapide e in loco e fornisce risultati utilizzabili in pochi minuti. Utilizzando il GC/MS Torion T-9 portatile, è possibile prendere decisioni informate in situazioni critiche e ottimizzare le attività di follow-up fornendo all'utente le informazioni appropriate per determinare quali e se i campioni devono essere inviati a un laboratorio per analisi di conferma. Inoltre, la raccolta, l'estrazione e l'analisi del campione in loco, utilizzando SPME e Torion T-9 GC/MS, riduce al minimo le perdite di analita target, rispetto alle tecniche tradizionali che rischiano la perdita di analita durante complesse condizioni di stoccaggio e trasporto, garantendo quindi l'integrità dei campioni critici e di valore.

Procedura sperimentale

Il dispositivo di campionamento Custodion SPME utilizzato in questa applicazione è costituito da una lunghezza di 1 cm di fibra di silice rivestita con polidimetilsilossano (PDMS), divinilbenzene (DVB) e carboxen (CAR). La fibra è contenuta in una siringa resistente che può essere azionata con una sola mano, proprio come una penna a sfera retrattile. Il grilletto a pulsante sulla parte superiore della siringa Custodion consente di estendere e ritrarre la fibra SPME all'interno e all'esterno dell'ago protettivo della siringa.

Un campione di acqua sospettato di contenere MTBE e BTEX in presenza di benzina è stato fornito da un importante produttore di petrolio. Il campione è stato diluito 1:100 utilizzando acqua deionizzata (DI). La fibra Custodion SPME è stata immersa direttamente nel campione d'acqua per ~15 s a temperatura ambiente (~24 °C). Dopo il campionamento, la fibra SPME è stata introdotta nella porta di iniezione del Torion T-9 GC/MS, dove MTBE e BTEX sono stati desorbiti dalla fibra in una colonna GC capillare a bassa massa termica.

La temperatura del GC è stata quindi programmata rapidamente da 50 °C a 200 °C a 2 °C/s, ottenendo un tempo di esecuzione totale di 2,5 minuti. Il GC a bassa massa termica è stato interfacciato direttamente a uno spettrometro di massa toroidale a trappola ionica (TMS) avente un intervallo di massa compreso tra 41 e 500 Da.

Parametri del metodo

Table 1. Method Parameters.

Sampling:	Solid phase microextraction (SPME)
SPME Phase	Polydimethylsiloxane/divinylbenzene/carboxen (PDMS/DVB/CAR)
GC Inj. Temp	270 °C
GC Column	MXT-5, 5 m x 0.1 mm, 0.4 µm df
GC Carrier Gas	Helium
GC Column Temp	50-200 °C at 2 °C/s
Transfer Line	270 °C
Injection Split	30:1 after 4 sec splitless
Mass Analyzer	Toroidal ion trap (TMS)
TMS Mass Range	41-500 Da
Ionization Mode	In-trap electron impact (EI)
Detector	Electron multiplier
Vacuum	Roughing and turbo molecular pumps
MS Resolution	Less than unit mass to 230 amu, nominal unit mass to 500 amu

Risultati e discussione

La Figura 1 mostra la separazione GC/MS di MTBE e BTEX in un campione di acqua freatica. Tutti i composti sono stati rilevati e identificati positivamente dalla libreria di composti Torion T-9. Per i composti coeluiti, un algoritmo di deconvoluzione integrato è stato in grado di identificare positivamente ciascun componente in base al trattamento statistico dei dati di frammentazione ionica.

L'uso del metodo SPME-GC/MS portatile Torion T-9 ha raccolto, estratto, analizzato e identificato con successo i composti di interesse, dimostrando che il GC/MS portatile è una tecnica potente per l'analisi sul campo di campioni complessi e miscele.

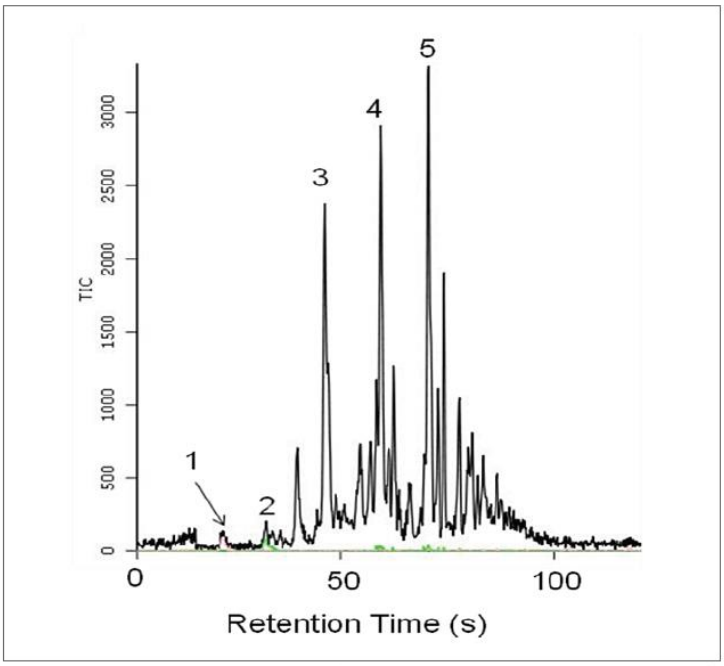

Figure 1. Chromatogram of MTBE and BTEX screening in petroleum contaminated ground water, 15 s immersion using a PDMS/DVB/CAR SPME fiber. Compound identification: (1) MTBE, (2) benzene, (3) toluene, (4) ethylbenzene, (5) xylenes.

Conclusione

I composti MTBE e BTEX sono stati rapidamente sottoposti a screening in acque sotterranee contaminate da petrolio mediante microestrazione in fase solida (SPME) seguita da analisi in loco con un GC/MS portatile Torion T-9. Il metodo SPME-GC/MS è stato utilizzato per estrarre, concentrare, separare e rilevare efficacemente sia MTBE che BTEX in loco in modo rapido e affidabile per un rapido processo decisionale e risparmi sui costi.

Bibliografia

[1] Zhang, Z., Pawliszyn, J. Analysis for organic compounds in environmental samples by headspace solid phase microextraction. J. High Res. Chromatogr. (1993), 16(12), 689-92.

[2] Almeida, C.M., Boas, L.V.J. Analysis of BTEX and other substituted benzenes in water using headspace SPME-GCFID: method validation. Environ. Monit. (2004) Jan;6(1):80-8.

QUANTANALITICA

Via Guido Rossa 14
23875 Osnago (LC) - Italy
Tel. +39 039 9280061
Fax. +39 039 9289636
info@quantanalitica.com
www.quantanalica.com