



# fenoli

## (desorbimento termico)

### Componenti di radiello da utilizzare

Corpo diffusivo bianco codice 120

Piastra di supporto codice 121

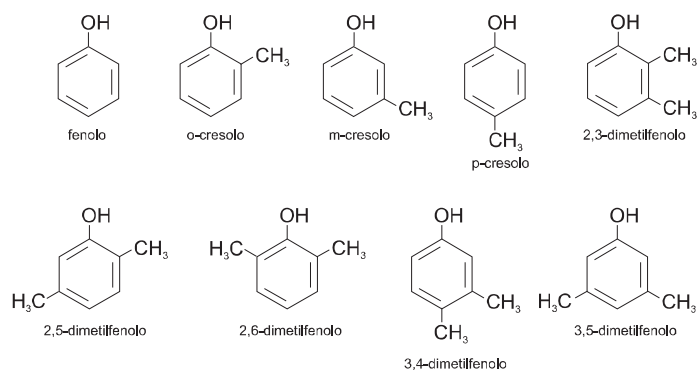
Adattatore verticale codice 122 (opzionale)

Cartuccia adsorbente codice 147

### Principio

La cartuccia codice 147 è un tubo in rete di acciaio inossidabile 100 mesh da 4,8 mm di diametro riempito di 250±10 mg di Tenax TA 20-35 mesh. I fenoli sono adsorbiti e sono analizzati in gascromatografia capillare previo recupero mediante desorbimento termico.

Il metodo è stato messo a punto per i seguenti fenoli



### Portate di campionamento

La tabella accanto riporta i valori di portata di campionamento a 25 °C (298 K) e 1013 hPa.

### Effetto della temperatura, dell'umidità e della velocità dell'aria

La variazione della portata di campionamento con la temperatura espressa in kelvin (K) in relazione alla portata di campionamento a 298 K (25 °C) è data da

$$Q_K = Q_{298} \left( \frac{K}{298} \right)^{1,5}$$

dove  $Q_K$  è la portata alla temperatura  $K$  e  $Q_{298}$  è il valore di portata alla temperatura di riferimento di 298 K.

La portata di campionamento è invariante con l'umidità nell'intervallo 15-90% e con la velocità dell'aria fra 0,1 e 10 m·s<sup>-1</sup>.

	portata ml.min <sup>-1</sup>	Limite rivelabilità <sup>1</sup> µg.m <sup>-3</sup>	Incertezza a 2σ %
fenolo	38	0,3	24,1
o-cresolo	45	0,4	17,5
m-cresolo	48	0,4	8,0
p-cresolo	48	0,4	8,0
2,3-dimetilfenolo	53	0,4	26,0
2,5-dimetilfenolo	51	0,3	25,2
2,6-dimetilfenolo	46	0,4	7,6
3,4-dimetilfenolo	60	0,4	22,1
3,5-dimetilfenolo	61	0,4	22,2

<sup>1</sup> riferita ad esposizione di 24 ore e misurata con rivelatore a spettrometro di massa nelle condizioni di desorbimento descritte in Analisi



## Calcoli

I valori di portata elencati in tabella tengono già conto del rendimento di recupero. **La concentrazione media del periodo di esposizione si calcola quindi dalla massa captata e dal tempo di esposizione senza introdurre alcun altro fattore correttivo**, fatto salvo quello relativo alla temperatura media.

La concentrazione media dell'intero periodo di esposizione **C** in  $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$  si calcola con l'espressione seguente

$$C [\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}] = \frac{m [\mu\text{g}]}{Q_k [\text{ml}\cdot\text{min}^{-1}] \cdot t [\text{min}]} \cdot 1.000.000$$

dove:

**m** = massa reperita in  $\mu\text{g}$

**t** = tempo di esposizione in minuti

## Esposizione

### Ambiente di lavoro

Sono consentite esposizioni fra 2 e 8 ore.

### Ambiente esterno e indoor

Il tempi di esposizione suggeriti vanno da 8 ore a 7 giorni.

## Durata e conservazione

La durata della capacità adsorbente del Tenax è virtualmente illimitata. Se mantenute in luogo fresco non contaminato da fenoli, bianco e capacità adsorbente si mantengono inalterati per almeno ventiquattro mesi. La data di scadenza e il numero del lotto sono stampati sull'involucro di plastica trasparente, la cui integrità agisce da sigillo di garanzia.

Dopo il campionamento, le cartucce, custodite ben tappate in luogo fresco e non contaminato, mantengono inalterato il loro contenuto per almeno tre mesi.

## Analisi

Il metodo qui proposto è stato elaborato con il desorbitore termico Perkin-Elmer Turbomatrix accoppiato al gascromatografo-spettrometro di massa Agilent 5973 MSD. Esso può essere trasferito ad altra strumentazione, introducendo piccole varianti dettate dall'esperienza dell'analista e dalle caratteristiche della strumentazione impiegata.

### Desorbimento

Il tubo da 1/4" in dotazione al Turbomatrix deve essere vuoto e libero: eliminare il disco in rete inox sistemato al suo interno in corrispondenza dell'incisione circolare e, se presenti, anche le molle.

La cartuccia codice 147 è stata dimensionata in modo che il suo diametro esterno coincida esattamente con il diametro interno del tubo del Turbomatrix. Inoltre, la sua lunghezza è tale che, introdotta nel tubo fino all'incisione, che agisce da blocco, essa vi si posizioni esattamente al centro.

Non tutti i tubi Perkin-Elmer hanno esattamente lo stesso diametro interno; può quindi capitare che la cartuccia vi debba essere forzata con l'aiuto di uno spintore (ad esempio, il pistone di una microsiringa da 500  $\mu\text{l}$  o, in mancanza, una bacchetta di vetro o uno spezzone di fil di ferro di 2-3 mm di diametro). Il diametro del tubo potrebbe anche essere più largo di quello medio; in tal caso, la cartuccia entra così liberamente da rischiare di essere spostata dalla posizione centrale dalla stessa pressione del gas desorbente. In questo caso, è sufficiente ovalizzarne leggermente con le dita una delle estremità.



Una volta tappato, il tubo va sistemato nel carosello del Turbomatrix con le incisioni verso il basso.

### Temperature e tempi

- ✓ Desorbimento: 280 °C per 10 minuti
- ✓ Trappola di criofocalizzazione (Tenax TA): in adsorbimento 2 °C, in desorbimento 99 °C/sec fino a 290 °C, 1 minuto a 290 °C
- ✓ Valvola a 6 vie: 150 °C
- ✓ Transfer line: 200 °C

### Flussi

- ✓ Gas desorbente: elio a 24 psi
- ✓ Flusso di desorbimento: 100 ml·min<sup>-1</sup>
- ✓ Flusso alla trappola criogenica: 20 ml·min<sup>-1</sup>
- ✓ Split in testa alla colonna: 25 ml·min<sup>-1</sup>

## Analisi strumentale

### Colonna

J&W PONA, lunghezza 50 m, d.i. 0,2 mm, spessore del film 0,5 µm; la testa della colonna è collegata direttamente alla valvola a sei vie del Turbomatrix

### Temperature

- ✓ Forno GC: 50 °C per 2 minuti, 8 °C/min fino a 160 °C, 12 °C/min fino a 260 °C, isoterma finale 2 minuti
- ✓ Interfaccia GC-MS: 260 °C

### Flussi

- ✓ Gas di trasporto: elio a 0,8 ml·min<sup>-1</sup>

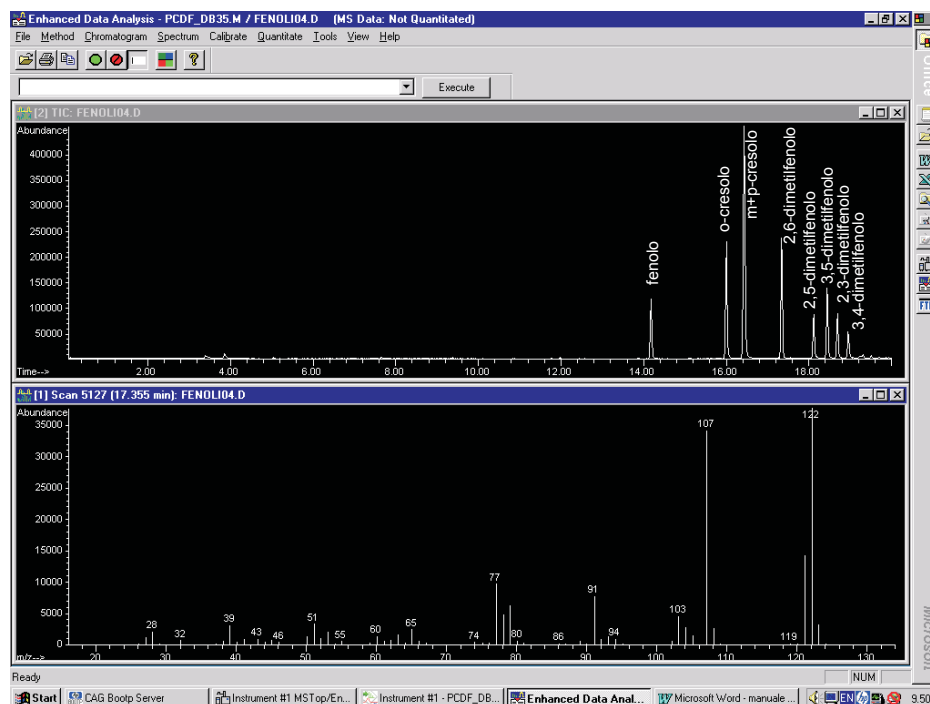
Qui sotto è mostrato un esempio di gacromatogramma in corrente ionica totale.

### Calibrazione

La curva di taratura è eseguita iniettando in fase gassosa in una cartuccia vergine una soluzione dei fenoli in metanolo.

L'operazione si realizza con l'iniettore di un gascromatografo alla cui uscita è innestato un breve spezzone (10 cm) di una colonna capillare wide-bore senza film (0,53 mm diametro interno) collegato ad un riduttore Swagelock 1/16"-1/4". In sostituzione del ferrule di acciaio da 1/4" del riduttore, se ne impieghi uno di quelli in PTFE utilizzati per la chiusura dei tubi del Turbomatrix.

Introdotta una cartuccia vergine nel tubo del Turbomatrix ed inserito il tubo nel riduttore Swagelock, mantenendo l'iniettore a 200 °C e il forno freddo, si inietta lentamente 1 µl della soluzione in metanolo sotto un flusso di azoto di 50 ml·min<sup>-1</sup>, lasciando fluire il gas per 2 minuti.





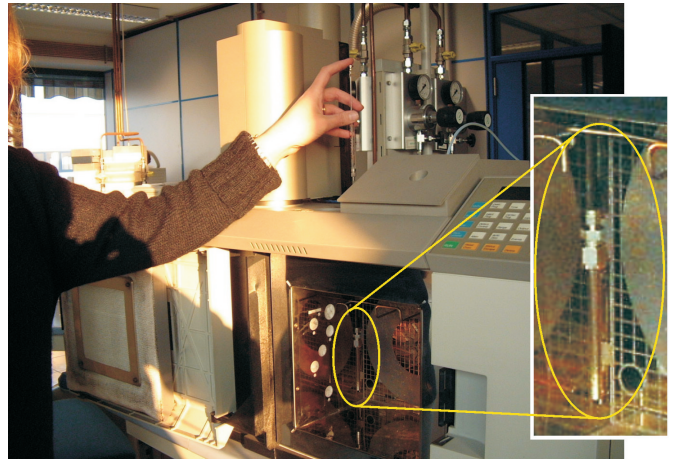
La cartuccia è pronta per essere analizzata come le altre. Si consiglia di preparare un set di soluzioni standard a diluizione progressiva contenenti, di ciascun fenolo, ad esempio, 4, 2, 1, 0,05, 0,025 e 0,01  $\mu\text{g}\cdot\mu\text{l}^{-1}$ .

## Recupero delle cartucce

Il rendimento di recupero dei fenoli per desorbimento termico è superiore al 98%. Tracce di fenoli rimangono nella cartuccia, la quale può essere rigenerata per un impiego successivo operando come segue.

Lavare la cartuccia con metanolo, per esempio ponendola in una provetta con 5 ml di solvente, agitando di tanto in tanto. Asciugarla all'aria e depurarla in corrente di azoto a 300 °C per due ore.

La grande stabilità del Tenax TA consente di riutilizzare la cartuccia un numero molto elevato di volte, a condizione che, nel corso del desorbimento o della depurazione la temperatura non sia superiore a 300 °C e l'elio o l'azoto non contengano più di 10 ppm di ossigeno.



*Gli standard di calibrazione si preparano facilmente applicando all'iniettore di un gascromatografo un riduttore Swagelock 1/16-1/4", innestato all'iniettore tramite uno spezzone di 10 cm di colonna capillare wide-bore senza film.*