

## ANALISI DELLA PUREZZA CHIMICA

Vantaggio tecnologico: GC Agilent Intuvo 9000 con rivelatore a ionizzazione di fiamma



### Introduzione

Gli idrocarburi monociclici aromatici sono importanti sostanze chimiche di base che trovano impiego nella produzione di polimeri. Il Committee D16 dell'ASTM fissa le specifiche di purezza per molte di queste sostanze chimiche. Il metodo ASTM D7405 supporta tali specifiche prevedendo l'uso della gascromatografia per misurare la purezza chimica complessiva e il tenore di impurezze principali. Spesso queste analisi sono affidate a personale tecnico di produzione che non possiede le competenze tipiche dei chimici analitici. Per semplificare la tecnica di analisi senza sacrificare la precisione, il metodo D7504 non prevede la preparazione del campione né la calibrazione dello strumento optando invece per la risposta in funzione del numero di atomi di carbonio equivalente (ECN). Affinché questa tecnica sia efficace, è necessario rivelare in un'unica analisi componenti del campione presenti in concentrazioni in percentuali in peso comprese tra  $10^{-4}$  e 99,5.

### GC Agilent Intuvo 9000: progettato per accelerare e semplificare l'analisi di routine della purezza

- Grazie al design click-and-run non è necessario affidarsi ad esperti per procedere all'installazione delle colonne.
- Un rivelatore a ionizzazione di fiamma a selezione automatica del range di misura è in grado di eseguire la determinazione quantitativa della risposta dei picchi in un ampio intervallo di concentrazione senza sovraccarico.
- L'ingombro ridotto e il basso consumo sono caratteristiche ideali per i laboratori di produzione.
- Interfaccia semplice e intuitiva con touch screen.

Per maggiori informazioni visita il sito:

[www.agilent.com/chem/intuvo](http://www.agilent.com/chem/intuvo)



**Agilent Technologies**

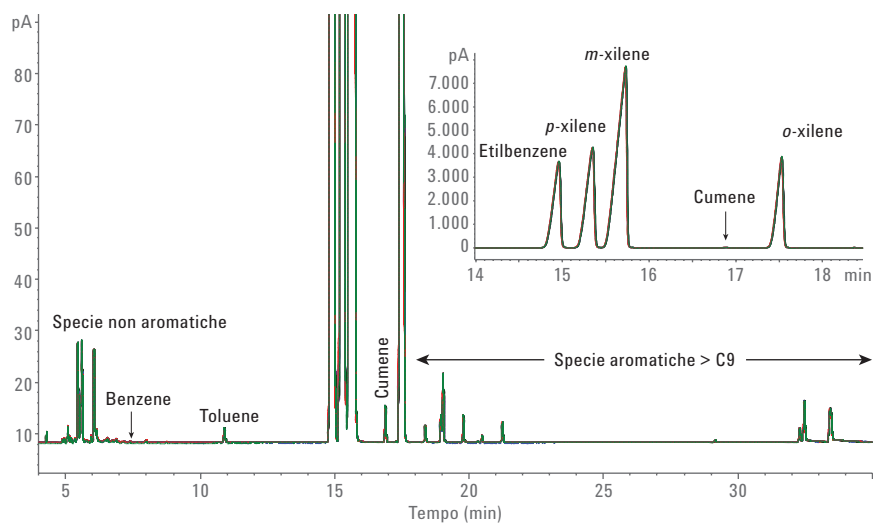
## Metodologia

### Condizioni strumentali GC

Parametro	Valore
Iniettore	Split 100:1, 270 °C
Volume di iniezione	0,5 µL
Colonna	Agilent HP-Innowax, 60 m × 0,32 mm, 0,5 µm (codice 19091N-216-INT)
Flusso nella colonna costante	Elio a 2,1 mL/min
Temperatura della colonna	60 °C per 10 minuti 5 °C/min fino a 150 °C, mantenimento per 10 minuti
Rivelatore	Ionizzazione a fiamma a 300 °C

### Risultati e discussione

In Figura 1 sono mostrate 10 iniezioni in sequenza di un campione di xilene in miscela. In una singola iniezione, il rivelatore a ionizzazione di fiamma (FID) del sistema GC Agilent Intuvo 9000 è in grado di quantificare i quattro ampi picchi aromatici C8 insieme alle impurezze a concentrazione più bassa. In Tabella 1 sono riportati i risultati quantitativi. È stata soddisfatta la precisione intra-laboratorio per tutti i componenti individuati nel campione.

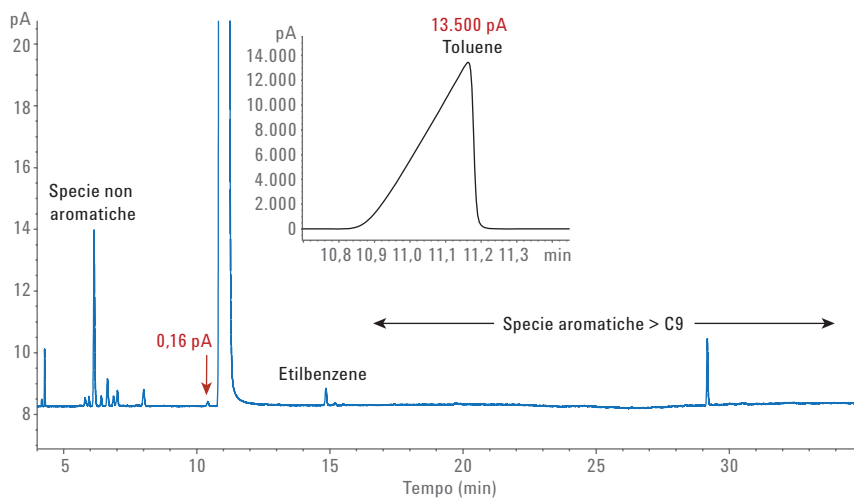


**Figura 1.** Dieci analisi sovrapposte di xilene in miscela. Il rivelatore a ionizzazione di fiamma a selezione automatica del range di misura rivela in maniera quantitativa in un'unica analisi picchi ridotti e di grandi dimensioni.

**Tabella 1.** Risultati di 10 analisi di xileni in miscela condotte con il metodo D7504.

Analisi	% in peso di specie non aromatiche	% in peso di toluene	% in peso di etilbenzene	% in peso di p-xilene	% in peso di m-xilene	% in peso di cumene	% in peso di o-xilene	% in peso di specie aromatiche > C9
1	0,1982	0,0101	16,84	21,05	46,43	0,0221	15,29	0,1667
2	0,1991	0,0100	16,83	21,05	46,43	0,0219	15,30	0,1662
3	0,1986	0,0100	16,84	21,05	46,43	0,0218	15,29	0,1646
4	0,1994	0,0100	16,83	21,05	46,43	0,0219	15,30	0,1595
5	0,1984	0,0100	16,83	21,04	46,43	0,0219	15,30	0,1623
6	0,1993	0,0101	16,84	21,04	46,43	0,0219	15,31	0,1651
7	0,2008	0,0100	16,83	21,04	46,43	0,0219	15,30	0,1632
8	0,1998	0,0101	16,84	21,04	46,43	0,0219	15,30	0,1566
9	0,2005	0,0100	16,83	21,04	46,43	0,0219	15,30	0,1624
10	0,2005	0,0100	16,83	21,04	46,43	0,0219	15,31	0,1633
<b>Media</b>	0,1995	0,0100	16,83	21,04	46,43	0,0219	15,30	0,1630
<b>Dev. std</b>	0,00092	0,00005	0,004	0,004	0,003	0,00007	0,006	0,00307
<b>SD ASTM</b>	0,00700	0,01400	0,007	0,029	0,021	0,00003	0,010	0,00100

Per evidenziare l'ampio intervallo automatico di risposta del rivelatore a ionizzazione di fiamma Intuvo 9000 è stato analizzato anche un campione di toluene ad alta purezza (Figura 2). Si noti che si ottiene una risposta dal rivelatore per picchi da 0,16 pA a 13.500 pA. Ciò equivale a una differenza di concentrazione che varia da 18 ppm a 99,97 di percento in peso.



**Figura 2.** Analisi di toluene purificato condotta con il metodo D7504. Sono stati misurati in un'unica analisi componenti ad alta abbondanza (99,97%) e componenti presenti in quantità estremamente ridotte (18 ppm).

## Conclusioni

Nel settore dell'industria chimica è ormai assodata la necessità di disporre di metodi efficaci e facili da usare per le analisi di routine di composti monociclici aromatici tramite gascromatografia. Un passo in avanti significativo in questa direzione è stato lo sviluppo del metodo ASTM D7504 che, essendo basato sulla risposta ECN, permette di evitare il ricorso ad esperti per le fasi di preparazione del campione e calibrazione. Per favorire la riduzione della complessità dei metodi GC, Agilent ha creato il sistema GC Intuvo 9000 con tecnologia di installazione delle colonne click-and-run, che permette agli operatori di qualsiasi livello di competenza di sostituire le colonne per GC in modo rapido e senza commettere errori. Inoltre, il rivelatore a ionizzazione di fiamma a selezione automatica del range di misura semplifica e rende più efficace l'implementazione di metodi basati sulla risposta ECN, permettendo di ottenere risultati analitici con un alto grado di precisione.

## Bibliografia

1. ASTM D7504-15e1, Standard Test Method for Trace Impurities in Monocyclic Aromatic Hydrocarbons by Gas Chromatography and Effective Carbon Number, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2015, [www.astm.org](http://www.astm.org)

[www.agilent.com](http://www.agilent.com)  
Le informazioni, le descrizioni e le specifiche fornite  
possono variare senza preavviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2016  
Pubblicato negli Stati Uniti, 1 agosto 2016  
5991-7220ITE



**Agilent Technologies**