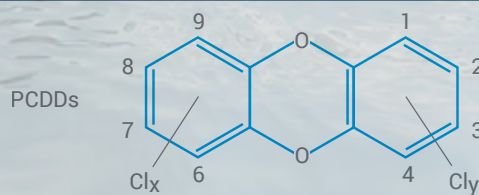
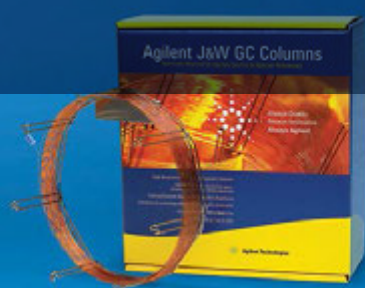


Analisi delle diossine in campioni ambientali tramite GC/MS

Guida per ordinare parti di consumo per il flusso di lavoro



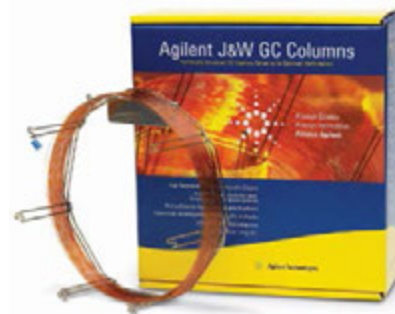
Determinazione di dibenzo-p-diossine e dibenzofurani da tetra- a otta-clorurati 2,3,7,8-sostituiti

Diossine e furani sono inquinanti ambientali che appartengono alla cosiddetta “sporca dozzina”, un gruppo di sostanze chimiche conosciute come inquinanti organici persistenti (POP). Sono rilasciati nell’ambiente nel corso di processi naturali e processi di riscaldamento ad alta temperatura correlati alle attività industriali. Le diossine sono sostanze preoccupanti in quanto possono contaminare l’ambiente e la catena alimentare e con l’andare del tempo possono dare luogo a bioaccumulo nei tessuti adiposi.

Dopo la firma della [Convenzione di Stoccolma](#) sull’eliminazione dell’uso di determinati POP a livello globale, le diossine sono state riconosciute da tutti i paesi del mondo come facenti parte dei POP, cosicché le istituzioni governative ed extra governative si sono adoperate per stabilire regolamenti che definiscono i limiti accettabili per queste sostanze chimiche. L’analisi delle diossine è ritenuta un’attività altamente specialistica che richiede una sensibilità elevatissima, oltre che robustezza e precisione estreme. Nel corso degli anni, l’Agenzia per la protezione dell’ambiente (EPA) degli Stati Uniti ha sviluppato metodi per l’analisi di diossine e furani in varie matrici ambientali; tali metodi sono stati impiegati a livello internazionale e includono:

- EPA 1613B¹ - diossine e furani da tetra- a otta-clorurati tramite HRGC/HRMS a diluizione isotopica.
- EPA 8280B² - impiegato per la rivelazione e la misura quantitativa di policlorodibenzo-p-diossine (PCDD) e policlorodibenzofurani (PCDF) tramite gascromatografia ad alta risoluzione/spettrometria di massa a bassa risoluzione (HRGC/LRMS).
- Metodo EPA 8290A³ - fornisce procedure per la rivelazione e misura quantitativa di policlorodibenzodiossine (PCDD) e policlorodibenzofurani (PCDF) tramite gascromatografia ad alta risoluzione/spettrometria di massa ad alta risoluzione (HRGC/HRMS).
- Metodo EPA 23⁴ - utilizzabile per la determinazione di policlorodibenzo-p-diossine e policlorodibenzofurani da sorgenti stazionarie.

Tutti i metodi consentono l’uso dello stesso set di colonne e prodotti di consumo.



Metodo EPA 1613B e metodo SGS Axys 16130⁵

Il metodo 1613B è stato sviluppato dall'Office of Science and Technology dell'Agenzia per la protezione dell'ambiente degli Stati Uniti per la determinazione isomero-specifica di dibenzo-p-diossine e dibenzofurani da tetra- a otta-clorurati in matrici acquose e di altra natura tramite gascromatografia su colonna capillare ad alta risoluzione (HRGC)/spettrometria di massa ad alta risoluzione (HRMS) a diluizione isotopica.

Nella versione originale, il metodo 1613B richiede una risoluzione di massa ≥ 10.000 , ottenibile esclusivamente mediante GC/HRMS a causa della mancanza di alternative migliori. La manutenzione di questi strumenti è costosa e il loro funzionamento richiede un insieme di competenze altamente specialistiche.

La tecnologia MS/MS offre molti dei vantaggi in termini di specificità e sensibilità dei metodi HRMS ma senza la necessità di un'alta risoluzione di massa e senza i costi e la complessità degli strumenti HRMS. Un metodo basato su GC/MS/MS (GC/TQ) per la determinazione di diossine e furani è potenzialmente in grado di ridurre i costi per il laboratorio.

Tabella 1. Parametri GC/TQ per il metodo SGS Axys 16130⁵

Parametro	Valore
Gascromatografo	
Modello	Gascromatografo Agilent 7890B
Colonna	Agilent DB-5, 60 m × 0,25 mm, 0,1 µm (codice 122-5061)
Pneumatica della colonna	Flusso costante, gas di trasporto He
Modalità dell'iniettore	Splitless
Liner dell'iniettore	Liner per iniettore, splitless, conicità doppia, disattivato (codice 5181-3315)
Volume di iniezione	1,0 µL
Temperatura dell'iniettore	290 °C
Flusso	0,93 mL/min
Programma di temperatura	90 °C per 2 min, 22 °C/min fino a 200 °C, 1 °C/min fino a 215 °C, mantenimento 10 min, 5,2 °C/min fino a 300 °C, mantenimento 2,7 min
Tempo di analisi totale	51,05 min
Tempo di equilibratura	0,1 min
Spettrometro di massa	
Modello	GC/MS a triplo quadrupolo Agilent 7010B
Modalità di ionizzazione	EI, 70 eV
Modalità di acquisizione	MRM
Corrente del filamento	100 µA
Gas di collisione	N ₂ a 1,5 mL/min
Gas di quenching	He a 2,25 mL/min
Temperatura dell'interfaccia GC	290 °C
Temperatura della sorgente ionica	290 °C
Temperatura del quadrupolo 1	150 °C
Temperatura del quadrupolo 2	150 °C



Agilent, in collaborazione con SGS AXYS Analytical Services Ltd., ha sviluppato il metodo SGS Axys 16130⁵ impiegando un gascromatografo Agilent 7890B accoppiato a un sistema GC/MS a triplo quadrupolo Agilent 7010B. Questo metodo soddisfa le specifiche QA/QC e prestazionali del metodo 1613B per l'analisi di policlorodiossine e policlorofurani (PCDD/PCDF) in matrici ambientali ed è approvato dall'EPA statunitense come protocollo di analisi alternativo per l'analisi delle diossine incluse nel metodo EPA 1613B.

I confronti tra le concentrazioni di PCDD e PCDF determinate tramite GC/HRMS e GC/TQ su campioni reali (Figura 1) evidenziano che i risultati ottenuti con le due tecnologie sono comparabili.

Il metodo EPA 1613B impone che l'altezza della valle tra isomeri a eluizione ravvicinata e gli isomeri TCDD e TCDF 2,3,7,8-sostituiti sia < 25% per una maggiore accuratezza dei valori di tossicità equivalente (TEQ).¹ Con il metodo GC/TQ SGS Axys 16130⁵ i valori di risoluzione altezza della valle anteriore e posteriore/altezza del picco sono risultati pari rispettivamente a 20,4 e 7,8 (Figura 2), senza superare quindi la soglia del 25%.

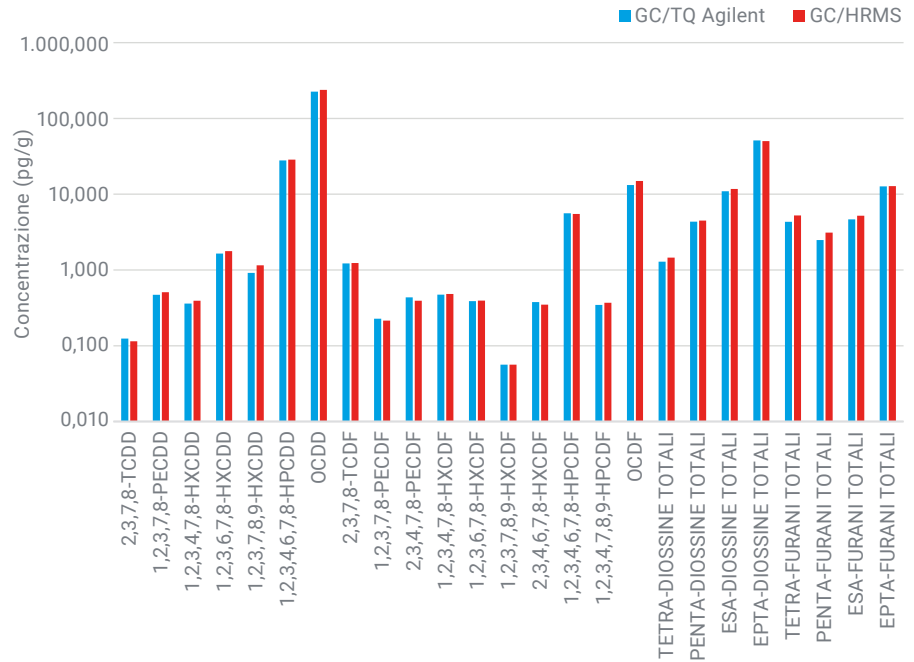


Figura 1. Confronto di PCDD/PCDF totali per un campione reale di biosolidi; determinazione tramite GC/TQ (barre blu) e GC/HRMS (barre rosse)

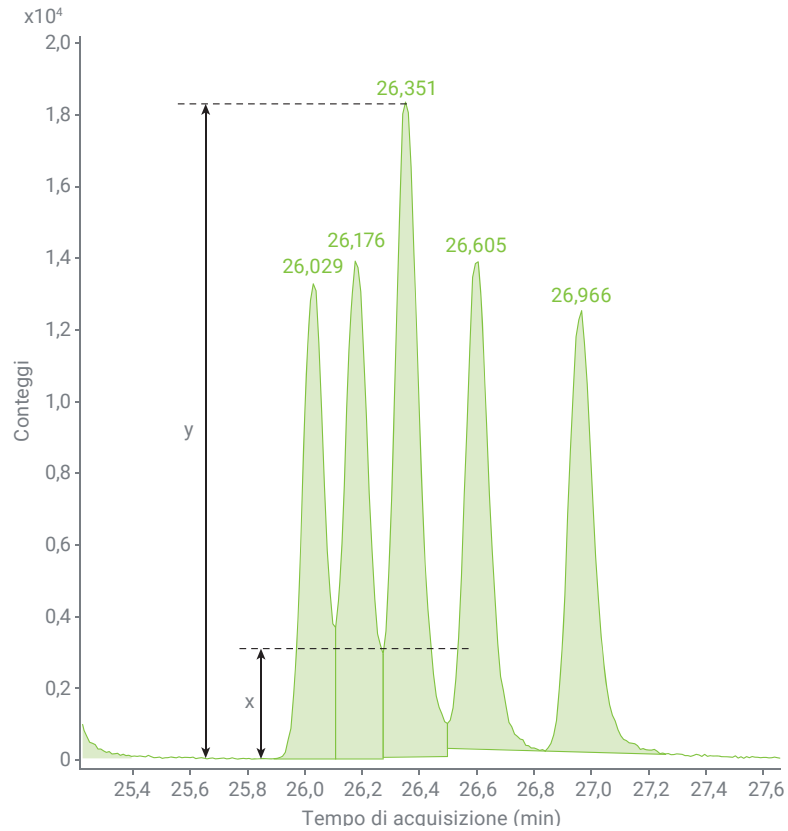


Figura 2. 2,3,7,8-TCDD e specie che eluiscono in sua prossimità su un sistema GC/TQ con il metodo SGS Axys 16130⁵

Altre colonne per GC utilizzate nell’analisi delle diossine

In un altro metodo⁶ con un sistema GC/TQ è stata impiegata la colonna Agilent J&W DB-5ms Ultra Inert per GC (codice 122-5562UI) utilizzando la configurazione e le condizioni riportate in Figura 3. L’inerzia superiore di questa colonna si è tradotta in picchi di forma simmetrica, rispettando comunque il criterio dell’altezza della valle < 25% per la separazione di isomeri 2,3,7,8-TCDF non tossici e tossici. È opportuno osservare, tuttavia, che con la colonna DB-5ms UI l’ordine di eluizione di 2,3,7,8-TCDD e 1,2,3,9-TCDD risulta scambiato rispetto a quanto osservato con la colonna DB-5.

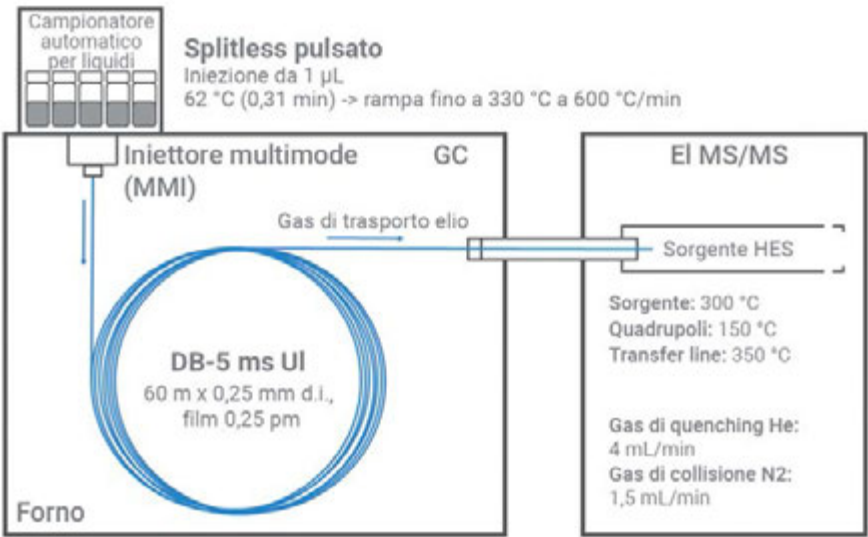


Figura 3. Configurazione e condizioni GC/ TQ con la colonna Agilent J&W DB-5ms UI*

Bibliografia

1. www.epa.gov/sites/production/files/2015-06/documents/SOP_HWSS_25_revision_3.pdf
2. www.epa.gov/sites/production/files/2015-12/documents/8280b.pdf
3. www.epa.gov/sites/production/files/2016-01/documents/sw846method8290a.pdf
4. method_23.pdf (epa.gov)
5. An Alternate Testing Protocol for EPA 1613B using Agilent Triple Quadrupole GC/MS, Determination of 2,3,7,8-substituted tetra- through octa-chlorinated dibenzo-p-dioxins and dibenzofurans - [5994-3029EN](#)
6. Tetra- Through Octa-Chlorinated Dioxins and Furans Analysis in Water by Isotope Dilution GC/MS/MS - [5994-0677EN](#)
7. Analysis of all 136 tetra- through octa- polychlorinated dibenzo-p-dioxins and dibenzofurans using an Agilent J&W FactorFour VF-Xms GC column - [SI-02196](#)

Tabella 2. Colonne per GC comunemente impiegate per l’analisi delle diossine nell’ambiente

Colonna per GC Agilent J&W	Caratteristica	Esito analitico
Colonna analitica DB-5 ⁵	Basso spurgo	Economica; approvazione EPA
Colonna Agilent J&W DB-5ms Ultra Inert ⁶	– Livelli eccezionalmente bassi di spurgo – Ultra Inert	– Quantificazione accurata – Qualità dei dati superiore – Separazione di isomeri 2,3,7,8-TCDF non tossici e tossici
Colonna per conferma DB-225 ¹ (se necessaria)	Basso spurgo	Economica; approvazione EPA
Colonna analitica VF-Xms ⁷	– Fase modificata ad alto contenuto di arileni con selettività unica per i composti clorurati – Alternativa più polare alle fasi DB-5	– Separazione alla linea di base di 2,3,7,8-TCDF da altri isomeri a eluizione ravvicinata – Colonna per conferma non necessaria

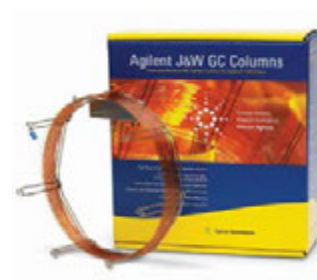
Informazioni per gli ordini di colonne e prodotti di consumo per l'analisi delle diossine

La tabella che segue fornisce indicazioni sui prodotti Agilent utilizzati in questa analisi per permetterti di trovare rapidamente ciò che stai cercando. Fai clic sul collegamento [Il mio elenco*](#) nell'intestazione che segue per aggiungere articoli al tuo elenco "Prodotti preferiti" in Agilent Online Store, quindi inserisci le quantità dei prodotti di cui hai bisogno. L'elenco rimarrà tra i "Prodotti preferiti" in modo che tu possa disporne per gli ordini futuri.

Il mio elenco di tutte le parti di consumo per l'analisi delle diossine elencate nella tabella.

Descrizione	Codice
Il mio elenco di standard chimici	
Miscela di dibenzo-p-diossine clorate, 10 µg/mL, toluene, 1 mL	RPE-065M-1
Miscela di dibenzofurani clorurati, 10 µg/mL, toluene, 1 mL	RPE-045M-1
2,3,7,8-tetraclorodibenzo-p-diossina, 50 µg/mL, toluene, 1 mL	RPE-029S-1
Ottaclorodibenzo-p-diossina, 50 µg/mL, toluene, 1 mL	RPE-017S-1
2,3,7,8-tetraclorodibenzofurano, 50 µg/mL, toluene, 1 mL	RPE-037S-1
1,2,3,7,8-pentaclorodibenzofurano, 50 µg/mL, toluene, 1 mL	RPE-042S-1
1,2,3,4,7,8-esaclorodibenzofurano, 50 µg/mL, toluene, 1 mL	RPE-043S-1
Ottaclorodibenzofurano, 50 µg/mL, toluene, 1 mL	RPE-019S-1
Il mio elenco di colonne per GC - colonna analitica primaria	
DB-5, 60 m x 0,25 mm, 0,1 µm (metodo SGS Axys 16130 ⁵)	122-5061
DB-5ms UI, 60 m x 0,25 mm, 0,25 µm	122-5562UI
Colonne per GC - colonna per conferma (se necessaria)	
DB-225, 30 m x 0,32 mm, 0,25 µm	123-2232
Il mio elenco di prodotti di consumo per GC	
Liner per iniettore, splitless, conicità doppia, disattivato	5181-3315
Setti per iniettore, ottimizzati per spurgo e temperatura (BTO), non-stick, 11 mm, 50/conf.	5183-4757
Guarnizione dorata Ultra Inert, con rondella, 1/conf.	5190-6144
Guarnizione dorata Ultra Inert, con rondella, 10/conf.	5190-6145
Dado autoserrante per colonna, con collare, iniettore	G3440-81011
Dado autoserrante per colonna, con collare, MSD	G3440-81013
Ferrule 15% grafite/85% Vespel, d.i. 0,4 mm, 10/conf.	5181-3323
Il mio elenco di vial e tappi	
Vial, chiusura a vite, ambrato, silanizzato, con etichetta scrivibile, certificato, 2 mL, 100/conf.	5183-2072
Tappo, a vite, blu, setti in PTFE/silicone/PTFE, 100/conf. Dimensione tappo: 12 mm	5182-0723
Inserto per vial, 250 µL, conico in vetro con supporto polimerico, disattivato, 100/conf., dimensioni inserto: 5,6 x 30 mm	5181-8872
Il mio elenco di prodotti di consumo per MS	
Filamento EI (per 7000A/B/C/D, 5977B Inert Plus, estrattore 5977A, inerte o acciaio inossidabile e sistemi 5975)	G7005-60061
Filamento HES per sistema GC/MS a triplo quadrupolo Agilent 7010	G7002-60001
Il mio elenco di filtri gas	
Kit Gas Clean per gas di trasporto per 7890	CP17988
Kit Gas Clean per gas di trasporto per 8890 e 8860	CP179880
Cartuccia di ricambio per purificatore del gas di trasporto Gas Clean	CP17973

* Se è la prima volta che utilizzi Agilent Online Store, dovrai inserire il tuo indirizzo e-mail per la verifica dell'account. Se non disponi di un account Agilent registrato, dovrai registrarne uno all'indirizzo www.agilent.com/en/promotions/onlinestore-videos. Questa funzione è disponibile soltanto nelle regioni in cui è abilitato l'e-commerce. Tutti gli articoli possono essere ordinati anche tramite i normali canali di vendita e distribuzione.



Agilent CrossLab: competenza reale, risultati concreti

Agilent CrossLab non offre solo strumenti ma servizi, parti di consumo e gestione delle risorse del laboratorio. Il tuo laboratorio può così migliorare la propria efficienza, ottimizzare le operazioni, aumentare il tempo di operatività degli strumenti, sviluppare le competenze degli utilizzatori e molto altro ancora.

Maggiori informazioni su Agilent CrossLab, oltre ad esempi pratici che si traducono in ottimi risultati, sono disponibili all'indirizzo

www.agilent.com/crosslab

Italia

numero verde 800 012 575

customercare_italy@agilent.com

Europa

info_agilent@agilent.com

Asia Pacifico

inquiry_lsca@agilent.com

DE44340.6673032407

Le informazioni fornite possono variare senza preavviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2021
Pubblicato negli Stati Uniti, 4 giugno 2021
5994-3550ITE