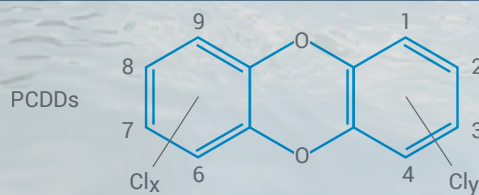
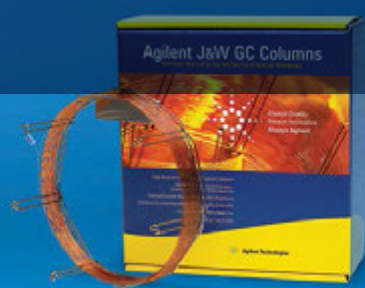


Análise de dioxinas em amostras ambientais usando GC/MS

Guia de pedidos para o fluxo de trabalho de consumíveis



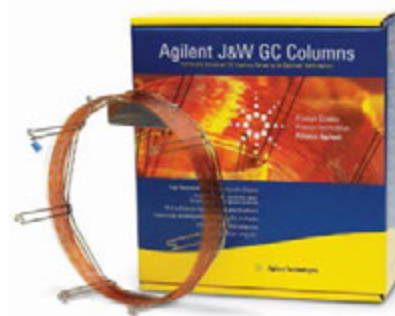
Determinação de dibenzo-p-dioxinas e dibenzofuranos 2,3,7,8-substituídos tetra- a octa-clorados

Dioxinas e furanos são contaminantes ambientais que pertencem à chamada “dúzia suja”, um grupo de produtos químicos conhecido como poluentes orgânicos persistentes (POPs). Eles são liberados no meio ambiente durante processos naturais e durante processos com aquecimento de alta temperatura relacionados à atividade industrial. As dioxinas são preocupantes devido a contaminação do meio ambiente e da cadeia alimentar, já que pode ocorrer bioacumulação no tecido adiposo ao longo do tempo.

Após a assinatura da [Convenção de Estocolmo](#) sobre a eliminação do uso de certos POPs globalmente, as dioxinas foram reconhecidas mundialmente como parte desses POPs, levando as instituições governamentais e extra-governamentais a definir regulamentos contendo os limites aceitos de dioxinas. O teste de dioxinas foi considerado altamente especializado, exigindo sensibilidade muito alta, extrema robustez e precisão. Historicamente, a USEPA desenvolveu métodos para análise de dioxinas e furanos em diversas matrizes ambientais que têm sido usados globalmente e incluem:

- EPA 1613B¹ - Tetra- through Octa-Chlorinated Dioxins and Furans by Isotope Dilution HRGC/HRMS.
- EPA 8280B² - utilizado para a detecção e medição quantitativa de dibenzo-p-dioxinas policloradas (PCDDs) e dibenzofuranos policlorados (PCDFs) por cromatografia gasosa de alta resolução/espectrometria de massas de baixa resolução (HRGC/LRMS).
- Método EPA 8290A³ - fornece procedimentos para a detecção e medição quantitativa de dibenzodioxinas policloradas (PCDDs) e dibenzofuranos policlorados (PCDFs) por cromatografia gasosa de alta resolução/espectrometria de massas de alta resolução (HRGC/HRMS).
- Método EPA 23⁴ - aplicável na determinação de dibenzo-p-dioxinas policloradas e dibenzofuranos policlorados em fontes estacionárias.

Todos os métodos permitem o uso do mesmo conjunto de colunas e consumíveis.



Método EPA 1613B e método SGS Axys 16130⁵

O método 1613B foi desenvolvido pelo escritório de ciência e tecnologia da Agência de Proteção Ambiental dos Estados Unidos para a determinação isomérica de dibenzo-p-dioxinas e dibenzofuranos tetra- a octa-clorados em matrizes aquosas e outras por diluição isotópica, cromatografia gasosa em coluna capilar de alta resolução (HRGC) / espectrometria de massa de alta resolução (HRMS).

Conforme escrito originalmente, o método 1613B requer uma alta resolução de massas ≥ 10.000 , que poderia ser alcançada apenas com o uso de um GC/HRMS, devido à falta de melhores alternativas. A manutenção desses instrumentos é cara e eles requerem habilidades altamente especializadas para a operação.

A tecnologia MS/MS oferece muitas das vantagens de especificidade e sensibilidade dos métodos HRMS sem a necessidade de alta resolução de massas ou o custo e a complexidade dos instrumentos HRMS. Um método usando GC/MS/MS (GC/TQ) para determinação de dioxinas e furanos tem o potencial de reduzir os custos do laboratório.

Tabela 1. Parâmetros do GC/TQ para o método SGS Axys 16130⁵

Parâmetro	Valor
Cromatógrafo gasoso	
Modelo	Cromatógrafo gasoso Agilent 7890B
Coluna	Agilent DB-5, 60 m × 0,25 mm, 0,1 µm (p/n 122-5061)
Pneumática da coluna	Fluxo constante, gás de arraste He
Modo do injetor	Splitless
Liner do injetor	Liner do injetor, splitless, cone duplo, desativado (p/n 5181-3315)
Volume de injeção	1,0 µL
Temperatura do injetor	290°C
Vazão	0,93 mL/min
Programa de temperatura	90°C por 2 min, 22°C/min até 200°C, 1°C/min até 215°C, manter por 10 min, 5,2°C/min até 300°C, manter por 2,7 min
Tempo de corrida total	51,05 min
Tempo de equilíbrio	0,1 min
Espectrômetro de massas	
Modelo	GC/MS Agilent 7010B Triplo Quadrupolo
Modo de ionização	EI, 70 eV
Modo de aquisição	MRM
Corrente do filamento	100 µA
Gás de colisão	N ₂ a 1,5 mL/min
Gás quench	He a 2,25 mL/min
Temperatura da interface do GC	290°C
Temperatura da fonte de íons	290°C
Temperatura do quadrupolo 1	150°C
Temperatura do quadrupolo 2	150°C



A Agilent, em colaboração com a SGS AXYS Analytical Services Ltd., desenvolveu o método SGS Axys 16130⁵ usando um cromatógrafo gasoso Agilent 7890B acoplado a um GC/MS Agilent 7010B Triplo Quadrupolo Este método atende às especificações de QA/QC e desempenho descritos no método 1613B para a análise de dioxinas e furanos policlorados (PCDDs/PCDFs) em matrizes ambientais e é aprovado pela US EPA como um protocolo alternativo de teste para análise de dioxinas em EPA 1613B.

As comparações das concentrações de PCDD e PCDF determinadas usando o GC/HRMS e o GC/TQ com amostras reais (Figura 1) mostram que os resultados para as duas tecnologias são comparáveis.

O EPA 1613B exige que a altura do vale entre os isômeros com eluição próxima e os isômeros TCDD e TCDF 2,3,7,8-substituídos seja <25% para valores de TEQ mais precisos.¹ Com o método SGS Axys 16130⁵ de GC/TQ, os valores de resolução da altura do vale/altura da banda para os picos dianteiros e traseiros foram 20,4 e 7,8, respectivamente (Figura 2), e não excederam o limiar de 25%.

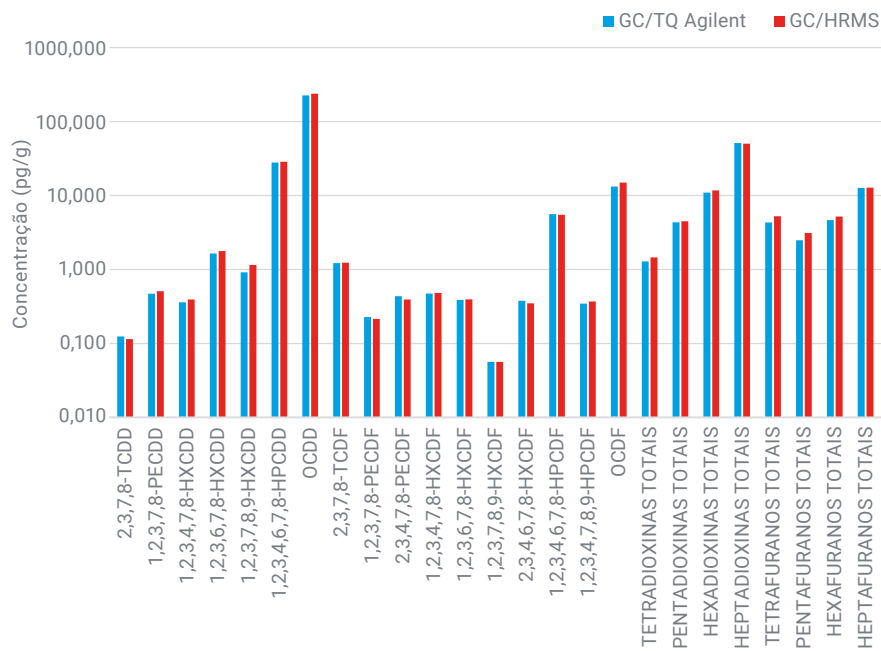


Figura 1. Comparação entre valores de PCDD/PCDF total para uma amostra real de biossólidos determinada por GC/TQ (azul) e GC/HRMS (vermelho)

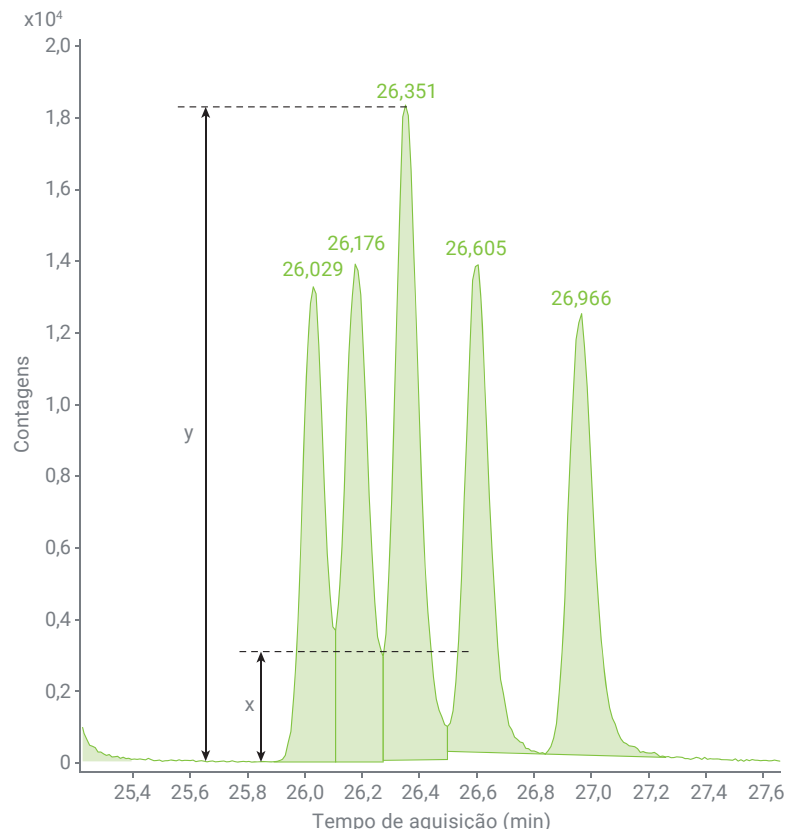


Figura 2. 2,3,7,8-TCDD e eluentes próximos usando o GC/TQ e o método SGS Axys 16130⁵

Outras colunas para GC usadas na análise de dioxinas

Em outro método⁶ usando um GC/TQ, a coluna para GC J&W DB-5ms Ultra Inert (P/N 122-5562UI) foi utilizada com as configurações e condições mostradas na Figura 3. A inércia superior desta coluna resultou em picos simétricos, atingindo o critério de vale de <25% para a separação dos isômeros 2,3,7,8-TCDF tóxicos e não tóxicos. Deve-se notar, entretanto, que com a coluna DB-5ms UI a ordem de eluição para o 2,3,7,8 TCDD e p 1,2,3,9-TCDD é trocada em relação à coluna DB-5.

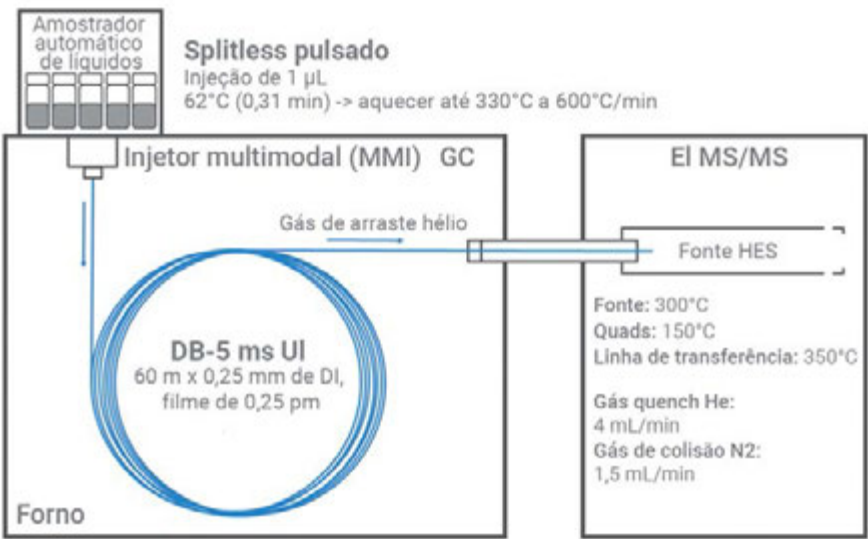


Figura 3. Configuração e condições do GC/TQ usando a coluna Agilent J&W DB-5ms UI⁶

Tabela 2. Colunas para GC normalmente usadas para analisar dioxinas ambientais

Coluna para GC Agilent J&W	Característica	Resultado analítico
DB-5, coluna analítica ⁵	Sangramento baixo	Econômico; aprovado pelo EPA
Coluna analítica DB-5ms Ultra Inert ⁶	– Sangramento excepcionalmente baixo – Ultra Inert	– Quantificação precisa – Qualidade de dados superior – Separação dos isômeros 2,3,7,8-TCDF atóxicos e tóxicos
Coluna de confirmação DB-225 ¹ (se necessário)	Sangramento baixo	Econômico; aprovado pelo EPA
Coluna analítica VF-Xms ⁷	– Fase modificada de arileno elevado com seletividade única para compostos clorados – Alternativa mais polar para fases DB-5	– Separa 2,3,7,8-TCDF na linha de base de outros isômeros com eluição próxima – Nenhuma coluna de confirmação necessária

Referências

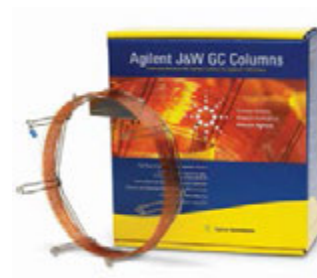
1. www.epa.gov/sites/production/files/2015-06/documents/SOP_HWSS_25_revision_3.pdf
2. www.epa.gov/sites/production/files/2015-12/documents/8280b.pdf
3. www.epa.gov/sites/production/files/2016-01/documents/sw846method8290a.pdf
4. method_23.pdf (epa.gov)
5. An Alternate Testing Protocol for EPA 1613B using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

Informações para pedidos de colunas e consumíveis para análise de dioxinas

A tabela abaixo lista recomendações para produtos Agilent utilizados nesta análise, para que você possa encontrar o que procura de forma rápida. Clique nos links MyList* no cabeçalho abaixo para adicionar itens à sua lista de "Produtos favoritos" na Agilent Online Store. Em seguida, insira as quantidades dos produtos necessários. A sua lista permanecerá em "Produtos favoritos" para uso em pedidos futuros.

MyList de todos os consumíveis para a análise de dioxinas listados na tabela.

Descrição	Número da parte
MyList de padrões químicos	
Mistura de dibenzo-p-dioxina clorada, 10 µg/mL, tolueno, 1 mL	RPE-065M-1
Mistura de dibenzofurano clorado, 10 µg/mL, tolueno, 1 mL	RPE-045M-1
2,3,7,8-Tetraclorodibenzo-p-dioxina, 50 µg/mL, tolueno, 1 mL	RPE-029S-1
Octaclorodibenzo-p-dioxina, 50 µg/mL, tolueno, 1 mL	RPE-017S-1
2,3,7,8-Tetraclorodibenzofurano, 50 µg/mL, tolueno, 1 mL	RPE-037S-1
1,2,3,7,8-Pentaclorodibenzofurano, 50 µg/mL, tolueno, 1 mL	RPE-042S-1
1,2,3,4,7,8-Hexaclorodibenzofurano, 50 µg/mL, tolueno, 1 mL	RPE-043S-1
Octaclorodibenzofurano, 50 µg/mL, tolueno, 1 mL	RPE-019S-1
MyList de colunas para GC – Coluna analítica primária	
DB-5, 60 m x 0,25 mm, 0,1 µm (método SGS Axys 16130 ⁵)	122-5061
DB-5ms UI, 60 m x 0,25 mm, 0,25 µm	122-5562UI
Colunas para GC - Coluna de confirmação (se necessário)	
DB-225, 30 m x 0,32 mm, 0,25 µm	123-2232
MyList de consumíveis de GC	
Liner do injetor, splitless, cone duplo, desativado	5181-3315
Septo do injetor, otimizado para temperatura e sangramento (BTO), antiaderente, 11 mm, 50/pacote	5183-4757
Selo de ouro Ultra Inert com arruela, 1/pacote	5190-6144
Selo de ouro Ultra Inert com arruela, 10/pacote	5190-6145
Porca para coluna com ajuste automático, com colar, injetor	G3440-81011
Porca para coluna com ajuste automático, com colar, MSD	G3440-81013
Anilha 15% grafite/85% Vespel, 0,4 mm de DI, 10/pacote	5181-3323
MyList de vials e tampas	
Vial, rosqueável, âmbar, silanizado, área para identificação, certificado, 2 mL, 100/pacote	5183-2072
Tampa, rosqueável, azul, septo de PTFE/silicone/PTFE, 100/pacote Tamanho da tampa: 12 mm	5182-0723
Insert de vial 250 µL, vidro cônico com apoios de polímero, desativado, 100/pacote Tamanho do insert: 5,6 x 30 mm	5181-8872
MyList de consumíveis de MS	
Filamento para EI (para 7000A/B/C/D, 5977B Inert Plus, extrator 5977A, inerte ou aço inoxidável e sistemas 5975)	G7005-60061
Filamento HES para GC/MS 7010 triplo quadrupolo	G7002-60001
MyList de filtros de gás	
Kit de gases de arraste para limpeza da linha de gases para 7890	CP17988
Kit de gases de arraste para limpeza da linha de gases para 8890 e 8860	CP179880
Cartucho de reposição para purificador de gases de arraste para limpeza da linha de gases	CP17973



* Caso esta seja a sua primeira vez usando a Agilent Online Store, será solicitado que você digite o seu endereço de e-mail para verificação da conta. Se você não possui uma conta Agilent registrada, precisará se registrar para obter uma em www.agilent.com/en/promotions/onlinestore-videos. Esse recurso é válido apenas nas regiões onde o e-commerce está habilitado. Todos os itens também podem ser solicitados através dos canais regulares de vendas e distribuidores.

Agilent CrossLab: Visão real, resultados reais

O CrossLab vai além da instrumentação para trazer serviços, consumíveis e gerenciamento de recursos em todo o seu laboratório. Assim, seu laboratório pode melhorar a eficiência, otimizar as operações, aumentar o tempo de atividade dos instrumentos, desenvolver as habilidades dos usuários e muito mais.

Saiba mais sobre o Agilent CrossLab e veja exemplos de ideias para obtenção de ótimos resultados, no site www.agilent.com/crosslab

Brasil

0800 7281405

chem_vendas@agilent.com

Europa

info_agilent@agilent.com

Ásia e Pacífico

inquiry_lsca@agilent.com

DE44340.6673032407

Estas informações estão sujeitas a alterações sem aviso prévio.

© Agilent Technologies, Inc. 2021
Publicado nos EUA, 4 de junho de 2021
5994-3550PTBR