



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 μg

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 desorbitor 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 μl 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.



radiello è brevetto della FONDAZIONE SALVATORE MAUGERI-IRCCS

Centro di Ricerche Ambientali - via Svizzera, 16 - 35127 PADOVA
tel. 0498 064 511 fax 0498 064 555 e.mail fsm@fsm.it



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⁻¹
- ✓ Flusso alla trappola criogenica: 20 ml·min⁻¹
- ✓ Split in testa alla colonna: 25 ml·min⁻¹

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⁻¹

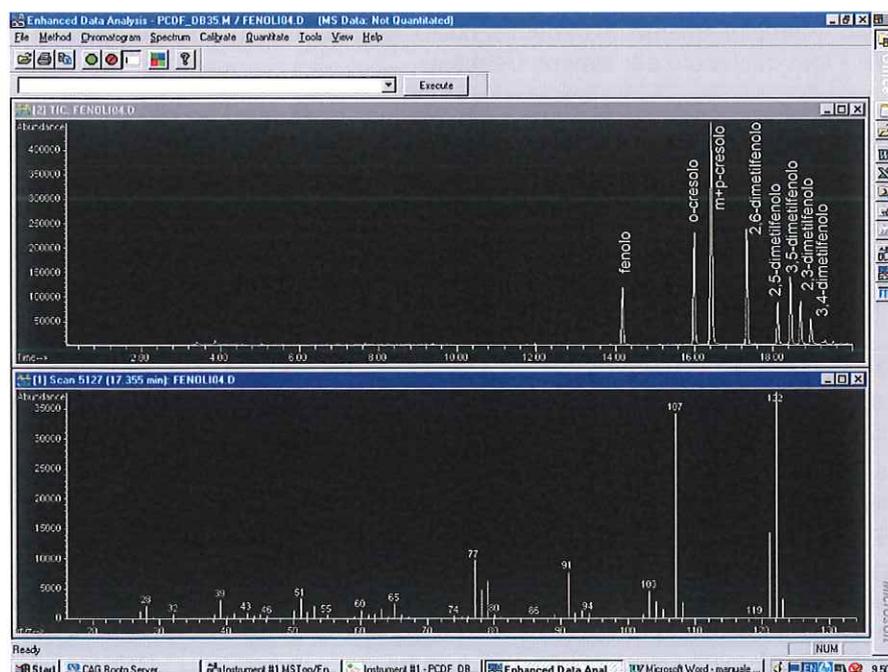
Qui sotto è mostrato un esempio di gacromatogramma in corrente ionica totale.

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⁻¹, lasciando fluire il gas per 2 minuti.





Edizione 02/2003

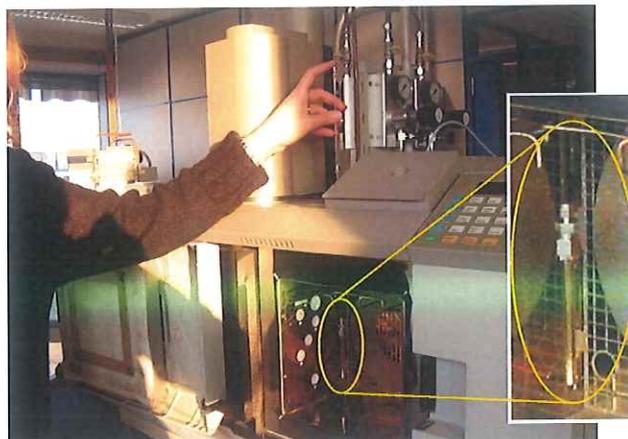
La cartuccia è pronta per essere analizzata come le altre.
Si consiglia di preparare un set di soluzioni standard a diluizione progressiva contenenti, di ciascun fenolo, ad esempio, 4, 2, 1, 0,05, 0,025 e 0,01 $\mu\text{g}\cdot\mu\text{l}^{-1}$.

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.



Indice per codice

Codice	Descrizione	Pag.
120	corpo diffusivo bianco	A5, A8
120-1	corpo diffusivo blu	A5, A8
120-2	corpo diffusivo giallo	A5
120-3	corpo permeativo in membrana siliconica	A5
121	piastra di supporto	A5, A8
122	adattatore verticale	B1, B3
122-1	adattatore ad incastro	A8
123-	radiello-pronto-all'uso	A8
124-1	tappo di chiusura del corpo diffusivo	A8
124-2	contenitore in plastica per radiello pronto-all'uso	A8
125	campionatore di gas e vapori anestetici	L1
126	termometro e data logger	B3
127	lettore di temperatura con adattatore porta seriale e software	B3
130	cartuccia adsorbente in carbone attivo	D1
132	cartuccia adsorbente di gas e vapori anestetici	L1
145	cartuccia adsorbente in carbone grafitato	E1
147	cartuccia adsorbente in Tenax	M1
165	cartuccia chemiadsorbente per aldeidi	C1
166	cartuccia chemiadsorbente per NO ₂ e SO ₂	F1
168	cartuccia chemiadsorbente di NH ₃	I1
169	cartuccia adsorbente di HCl	J1
170	cartuccia chemiadsorbente di H ₂ S	H1
171	soluzione di calibrazione per H ₂ S	B4, H2
172	cartuccia chemiadsorbente per ozono	G1
175	cartuccia vuota in rete inox 100 mesh diametro 5,9 mm,	B6
176	cartuccia vuota in rete inox 100 mesh diametro 4,9 mm,	B6
177	cartuccia vuota in rete 3x8 µm diametro 4,9 mm,	B6
190	etichetta autoadesiva codice a barre	A5, B6
195	clip per appendere radiello	B6
196	riparo contro le intemperie	B1
198	fascetta per appendere il riparo di radiello	B2, B6
199-1	provetta vuota in vetro, completa di tappo	B6
199-2	provetta vuota in plastica, completa di tappo	B6
302	soluzione di calibrazione per aldeidi	B4, C3
405	set di calibrazione per BTEX, desorbiti con CS ₂	B5
406	set di calibrazione per COV in ambiente di lavoro	B5
407	set di calibrazione per BTEX, desorbimento termico	B5