



KHIMERA
GREEN CHEMISTRY



KHIMERA
GREEN CHEMISTRY

Manuale Air Sense

RECOM
INDUSTRIALE s.r.l.

KHIMERA SRL | Startup

Società Spin-Off approvata dall'Università degli Studi di Salerno

Via Giovanni Paolo II, 132, Edificio L7 int 007 - 84084 Fisciano (SA)

Email amministrazione@khimera.it - CF/P.IVA 06211030652 - Rea SA 505699





Sommario

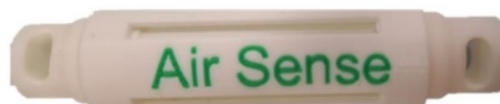
Le Componenti del “Air Sense”.....	3
Cartucce adsorbenti.....	3
L’etichetta	3
<i>Aldeidi</i>	4
<i>BTEX con desorbimento chimico</i>	6
<i>Composti Organici Volatili (COV) con desorbimento chimico</i>	8
<i>Biossido di azoto (NO₂)</i>	9
Tubi di Palmes per biossido di azoto (NO₂)	11
<i>Biossido di zolfo (SO₂)</i>	13
<i>Ammoniaca (NH₃)</i>	14
<i>Acido Cloridrico (HCl)</i>	15
<i>Acido Solfidrico (H₂S)</i>	16
<i>Acido Fluoridrico (HF)</i>	17
<i>Fenoli con desorbimento termico</i>	18
<i>Composti Organici Volatili (COV) con desorbimento termico</i>	19
Kit di calibrazione BTEX desorbimento termico	20
Calcolo della Concentrazione con il corpo diffusivo Air Sense	21
Lista reagenti.....	24





Le Componenti del "Air Sense"

L'Air Sense è formato da un corpo diffusivo in acido polilattico, modello industriale 402023000002466.



al cui interno è contenuta una cartuccia specifica per l'inquinante.

Cartucce adsorbenti



Le cartucce costituite da una rete cilindrica in lamierino di acciaio inox mesh 120 contenente il substrato adsorbente sono realizzate per il campionamento di: BTEX, COV, aldeidi, fenoli con desorbimento termico, BTEX con desorbimento termico, COV desorbimento termico.

le cartucce in polipropilene chimicamente attivate sono realizzate per il campionamento di: NO₂, SO₂, NH₃, HCl, HF, H₂S



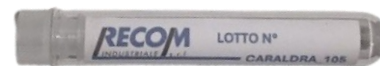
La cartuccia viene inviata in una provetta in vetro o in plastica.

L'etichetta

tutte le cartucce vengono inviate in provette di vetro o plastica in base all'inquinante utilizzabili anche per la fase di estrazione.

Ogni provetta presenta su di essa l'etichetta in cui è specificato l'inquinante e il numero di lotto.





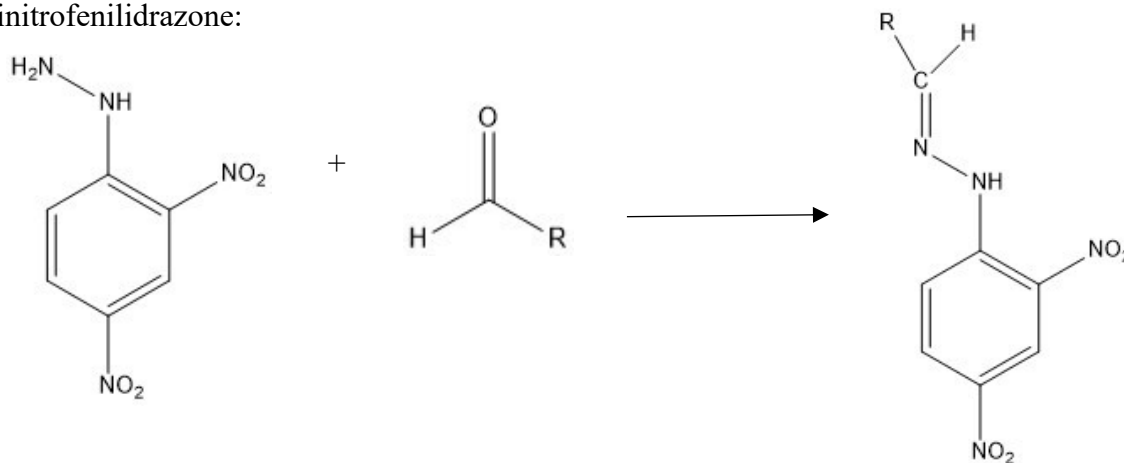
Aldeidi

Descrizione dell'unità

Il campionatore "AirSense" è costituito da un corpo diffusivo in acido polilattico nel quale si inserisce la cartuccia al cui interno viene inserito il substrato specifico per il campionamento delle aldeidi (fluoresil attivato con 2,4-dinitrofenilidrazione).

Principio di funzionamento

All'interno della cartuccia viene inserito un substrato rivestito di 2,4-dinitrofenilidrazina. Tra le aldeidi e la 2,4-dinitrofenilidrazina avviene una reazione che porta alla formazione del 2,4-dinitrofenilidrazone:



2,4-DNPH

aldeide

2,4-DNPidrazone

Dalla quantità di idrazone presente sulla superficie adsorbente si risale alla concentrazione di aldeidi in aria.

Esposizione

Il periodo di esposizione dei campionatori varia in base alla concentrazione attesa. Nel caso specifico della formaldeide, ci si aspetta valori di concentrazione di formaldeide in ambienti urbani tra i 5,0 e i 30 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ mentre per gli ambienti di lavoro concentrazioni comprese tra i 20,0 e i 200 $\mu\text{g}/\text{m}^3$.

Il tempo di esposizione può variare dalle 2 h in ambienti indoor a 8 giorni in ambienti outdoor.

Durata e conservazione

Le cartucce se conservate al buio e a 4°C sono stabili per 3 mesi dalla data di produzione.

Dopo l'esposizione le cartucce sono stabili per almeno 40 giorni se conservate in provette di vetro tappate a 4°C.

Analisi del campione

-Materiali necessari:

- Acetonitrile 99.9% per HPLC;
- Pipetta tarata;
- Filtro con micropori da 0,45 μm resistente all'acetonitrile;



Procedura:

All'interno della provetta contenente la cartuccia introdurre 2 ml di acetonitrile e agitarla di tanto in tanto per 30 minuti.

Successivamente filtrare la soluzione e inserirla all'interno di una vial per HPLC e assicurarsi che sia ben tappata fino al momento dell'analisi.

Nel caso l'analisi non venisse effettuata nell'immediato si consiglia di conservare la soluzione a 4°C.

Analisi strumentale

Il metodo proposto di seguito è solo indicativo.

Materiali necessari:

- Colonna in fase inversa C18 15cm di lunghezza, 4,6mm di diametro, 5 µm granulometria del supporto;
- HPLC con detector UV;

Procedura:

Disporre nel detector la lunghezza d'onda a 360 nm. Iniettare 20 µL di soluzione ed eluire come segue:

flusso: 1 mL/min;

temperatura della colonna: 25°C;

tempo della corsa: 30min;

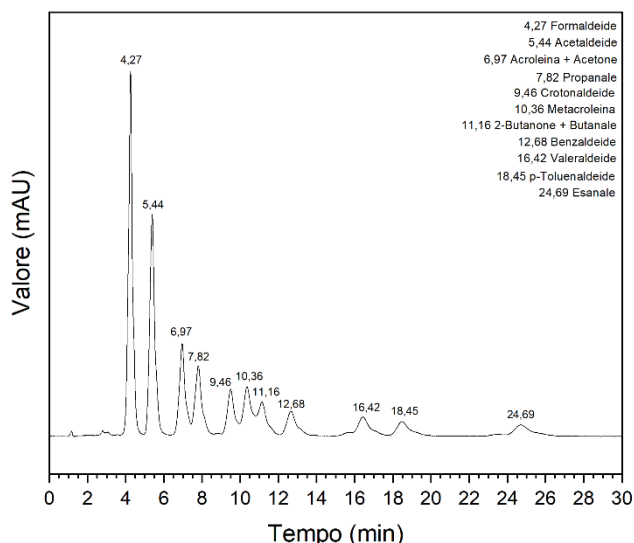
composizione eluente: CH_3CN 60%, H_2O 40%

Accanto è mostrato il cromatogramma di un campione reale ottenuto dalle condizioni appena descritte.

Suggerimento: per avere corse più brevi ed una quantificazione dettagliata di ogni singolo

componente della miscela di aldeidi è consigliabile l'utilizzo della colonna Ascentis Express C18 15cm X 4,6mm, 2,7 µm ed una fase mobile CH_3CN 60% H_2O + 0.1% acido formico 40% (si evitano le sovrapposizioni dei picchi).

Si consiglia di effettuare almeno un bianco con una cartuccia dello stesso lotto, trattata allo stesso modo.





BTEX con desorbimento chimico

Descrizione dell'unità

Il campionatore "AirSense" è costituito da un corpo diffusivo in acido polilattico nel quale si inserisce la cartuccia al cui interno è presente il carbone attivo, materiale adsorbente per l'analisi dei BTEX

Esposizione

Il periodo di esposizione consigliato è 2 settimane per campionamenti outdoor in funzione della concentrazione atmosferica, mentre per ambienti indoor è di 8 ore.

Durata e conservazione

Le cartucce se conservate al fresco sono stabili per almeno 3 mesi dalla data di produzione.

Dopo l'esposizione le cartucce sono stabili per almeno 40 giorni se conservate in provette di vetro tappate a 4°C e in un luogo privo di solventi.

Analisi del campione

-Materiali necessari:

- CS_2 al 99.9%;
- Pipetta tarata;
- Filtro con micropori da 0,45 μm ;

Procedura:

All'interno della provetta contenente la cartuccia introdurre 2,00 ml di CS_2 , riparla successivamente all'interno di un bagno a ghiaccio e agitarla saltuariamente per 30 minuti.

Successivamente filtrare la soluzione e inserirla all'interno di una vial per gas-cromatografia assicurandosi che sia ben tappata fino al momento dell'analisi.

Nel caso l'analisi non venisse effettuata nell'immediato si consiglia di estrarre gli inquinanti dalla cartuccia e conservare la soluzione.

Allo stesso modo preparare standard per la curva di calibrazione, utilizzando concentrazioni comprese tra 0,10 e 10,0 mg/L.

Analisi strumentale

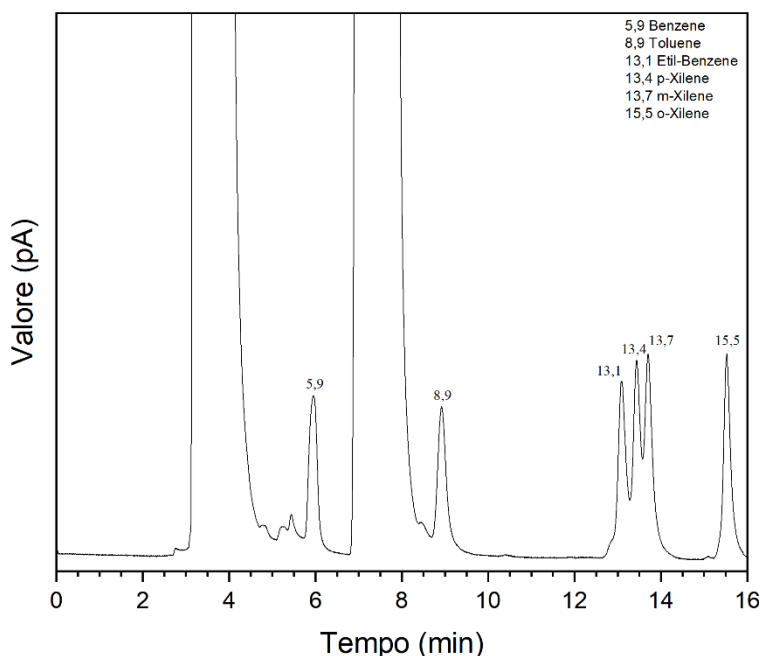
Il metodo proposto di seguito è solo indicativo.

Materiali necessari:

- Colonna DB-HeavyWAX
- Gas Cromatografia con detector FID;

Specifiche della GC-FID

- Colonna: DB-Heavywax
0.32mmx30,0 mx0.25 μm
- Inlet: 260°C 1 μL
- Iniezione: 10 μl ;
- Split rapporto: 25/1





- Carrier N_2 a pressione costante di 20 psi
- temperatura dell'iniettore: 240 °C;
- temperatura iniziale del forno a 35 °C per 5 minuti, 5 °C/min fino a 90 °C, mantenimento per 3 minuti, 10 °C/min fino a 220 °C, isoterma finale per 5 minuti.

Si consiglia di effettuare almeno un bianco con una cartuccia dello stesso lotto, trattata allo stesso modo.





Composti Organici Volatili (COV) con desorbimento chimico

Descrizione dell'unità

Il campionatore "AirSense" è costituito da un corpo diffusivo in acido polilattico nel quale si inserisce la cartuccia al cui interno è presente il carbone attivo, materiale adsorbente per l'analisi dei BTEX

Esposizione

Il periodo di esposizione consigliato è 2 settimane per campionamenti outdoor, mentre per ambienti indoor è di 8 ore.

Durata e conservazione

Le cartucce se conservate al fresco sono stabili per almeno 3 mesi dalla data di produzione.

Dopo l'esposizione le cartucce sono stabili per almeno 40 giorni se conservate in provette di vetro tappate a 4°C e in un luogo privo di solventi.

Analisi del campione

-Materiali necessari:

- CS_2 al 99.9%;
- Pipetta tarata;
- Filtro con micropori da 0,45 μm ;

Procedura:

All'interno della provetta contenente la cartuccia introdurre 2,00 ml di CS_2 , riporla successivamente all'interno di un bagno a ghiaccio e agitarla saltuariamente per 30 minuti. Successivamente filtrare la soluzione e inserirla all'interno di una vial per gas-cromatografia assicurandosi che sia ben tappata fino al momento dell'analisi.

Nel caso l'analisi non venisse effettuata nell'immediato si consiglia di estrarre gli inquinanti dalla cartuccia e conservare la soluzione.

Allo stesso modo preparare standard per la curva di calibrazione, utilizzando concentrazioni comprese tra 0,10 e 10,0 mg/L.

Analisi strumentale

Il metodo proposto di seguito è solo indicativo.

Materiali necessari:

- Colonna DB-HeavyWAX
- Gas Cromatografia con detector FID;

Specifiche della GC-FID

- Colonna: DB-Heavywax 0.32mmx30,0mx0,25 μm
- Inlet: 260°C 1 μL
- Iniezione: 10 μl ;
- Split rapporto: 25/1
- Carrier N_2 a pressione costante di 20 psi
- temperatura dell'iniettore: 240 °C;
- temperatura iniziale del forno a 35 °C per 5 minuti, 5 °C/min fino a 90 °C, mantenimento per 3 minuti, 10 °C/min fino a 220 °C, isoterma finale per 5 minuti.





Biossido di azoto (NO_2)

Descrizione dell'unità

Il campionatore "AirSense" è costituito da un corpo diffusivo in acido polilattico nel quale si inserisce la cartuccia adsorbente in acido polilattico.

Principio di funzionamento

La cartuccia utilizzata è impregnata da trietanolammina. La TEA è in grado di chemiadsorbire biossido di azoto (NO_2) sottoforma di ione nitrito.

Lo ione nitrito viene determinato mediante spettrofotometria visibile.

Esposizione

Il periodo di esposizione consigliato è 10 giorni per campionamenti outdoor.

Durata e conservazione

Le cartucce se conservate al buio e a 4°C sono stabili per 3 mesi dalla data di produzione.

Dopo l'esposizione le cartucce sono stabili per almeno 40 giorni se conservate in provette tappate a 4°C.

Analisi del campione

Aggiungere 5ml di acqua millQ nella provetta contenente la cartuccia adsorbente. Il tempo di estrazione è di circa 1 ora e si consiglia di agitare ogni 2-3min.

Determinazione colorimetrica dello ione nitrito:

il Biossido di azoto è convertito interamente a ione nitrito.

Preparazione del reattivo di Griess-Salzmann:

- Sulfanilammide: sciogliere 10g di sulfonilammide in 29,4ml di H_3PO_4 al 10% e portare a 250ml con acqua. Tale soluzione se è conservata in frigo e al riparo dalla luce è stabile per 6 mesi.
- NEDA: sciogliere 1,00g di N-(1-naftil)-etilendiammina in 250mL di acqua. Tale soluzione se è conservata in frigo e al riparo dalla luce è stabile per 6 mesi.

A questo punto miscelare le due soluzioni in rapporto 1:1 per ottenere il reattivo.

Trasferire, in una provetta pulita, 1ml di estratto e 1ml di reattivo di Griess-Salzman.

Se presente lo ione nitrito la soluzione si colorerà immediatamente di rosa. Attendere 30 minuti prima di proseguire con l'analisi spettrofotometrica.

Per periodi di esposizione superiori a 10 giorni potrebbe esser necessario dover effettuare una diluizione

Allo stesso modo preparare standard per la curva di calibrazione, utilizzando soluzioni di sodio nitrito comprese tra 0,10 e 1,00 mg/L come NO_2^- .

Analisi del campione

Materiali necessari:

- Spettrofotometro UV-VIS;

Procedura:





La concentrazione di nitrito è determinata per via spettrofotometrica secondo procedure standard per nitrito con lettura dell'assorbanza a 543 nm. *Si consiglia di effettuare almeno un bianco con una cartuccia dello stesso lotto, trattata allo stesso modo.*





Tubi di Palmes per biossido di azoto (NO_2)

Descrizione dell'unità

Il campionatore "AirSense" è costituito da una provetta in plastica nella quale si inserisce un supporto ricoperto di soluzione adsorbente per NO_2 .

Principio di funzionamento

Il supporto è ricoperto di trietanolammina. La TEA è in grado di chemiadsorbire biossido di azoto (NO_2) sottoforma di ione nitrito.

Lo ione nitrito viene determinato mediante spettrofotometria visibile.

Esposizione

Il periodo di esposizione consigliato è da 1 a 5 settimane per campionamenti outdoor.

Durata e conservazione

Le cartucce se conservate al buio e a 4°C sono stabili per 3 mesi dalla data di produzione.

Dopo l'esposizione le cartucce sono stabili per almeno 40 giorni se conservate in provette tappate a 4°C.

Analisi del campione

Aggiungere 3,5 ml di acqua millQ nella provetta contenente la cartuccia adsorbente. Il tempo di estrazione è di circa 1 ora e si consiglia di agitare ogni 2-3min.

Determinazione colorimetrica dello ione nitrito:

il Biossido di azoto è convertito interamente a ione nitrito.

Preparazione del reattivo di Griess-Salzman:

- Sulfanilammide: sciogliere 10g di sulfonilammide in 29,4ml di H_3PO_4 al 10% e portare a 250ml con acqua. Tale soluzione se è conservata in frigo e al riparo dalla luce è stabile per 6 mesi.
- NEDA: sciogliere 1,00g di N-(1-naftil)-etilendiammina in 250mL di acqua. Tale soluzione se è conservata in frigo e al riparo dalla luce è stabile per 6 mesi.

A questo punto miscelare le due soluzioni in rapporto 1:1 per ottenere il reattivo.

Trasferire, in una provetta pulita, 1ml di estratto e 1ml di reattivo di Griess-Salzman.

Se presente lo ione nitrito la soluzione si colorerà immediatamente di rosa. Attendere 30 minuti prima di proseguire con l'analisi spettrofotometrica.

Per periodi di esposizione superiori a 10 giorni potrebbe esser necessario dover effettuare una diluizione

Allo stesso modo preparare standard per la curva di calibrazione, utilizzando soluzioni di sodio nitrito comprese tra 0,10 e 1,00 mg/L come NO_2^- .

Analisi del campione

Materiali necessari:

- Spettrofotometro UV-VIS;

Procedura:

La concentrazione di nitrito è determinata per via spettrofotometrica secondo procedure standard per nitrito con lettura dell'assorbanza a 543 nm. *Si consiglia di effettuare almeno un bianco con una cartuccia dello stesso lotto, trattata allo stesso modo*





Calcolo della concentrazione di NO_2 .

$$C \frac{\mu\text{g}}{\text{m}^3} = \frac{\text{massa}(\mu\text{g})}{t (h)} \times K \left(\frac{h}{\text{m}^3} \right)$$

K=è un parametro che dipende dalle proprietà della molecola e dalla geometria del campionatore ed è uguale a $13948,56 \frac{h}{\text{m}^3}$





Biossido di zolfo (SO₂)

Descrizione dell'unità

Il campionatore "AirSense" è costituito da un corpo diffusivo in acido polilattico nel quale si inserisce la cartuccia adsorbente in acido polilattico.

Principio di funzionamento

La cartuccia utilizzata è impregnata di trietanolammina. La TEA è in grado di chemiadsorbire biossido di zolfo **SO₂** sottoforma di ioni solfito e solfato.

Gli ioni vengono determinati mediante cromatografia ionica.

Esposizione

Il periodo di esposizione consigliato è 10 giorni per campionamenti outdoor.

Durata e conservazione

Le cartucce se conservate al buio e a 4°C sono stabili per 3 mesi dalla data di produzione.

Dopo l'esposizione le cartucce sono stabili per almeno 40 giorni se conservate in provette tappate a 4°C.

Analisi del campione

Aggiungere 5ml di acqua millQ nella provetta contenente la cartuccia adsorbente. Il tempo di estrazione è di circa 1 ora e si consiglia di agitare ogni 2-3min.

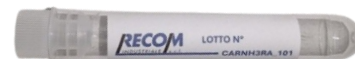
Procedura:

Sebbene **SO₂** sia convertita a solfito e solfato in rapporto non costante la somma dei due ioni equivalenti è lineare con l'esposizione a **SO₂**. Preparare soluzioni contenenti ioni solfito e solfato insieme entrambi con concentrazioni comprese tra 5,0 e 50 mg/L. analizzare le soluzioni standard e le soluzioni provenienti dal campionamento con Air Sense in cromatografia ionica secondo l'esperienza personale.

Si consiglia di effettuare almeno un bianco con una cartuccia dello stesso lotto, trattata allo stesso modo.



Ammoniaca (NH₃)



Descrizione dell'unità

Il campionatore "AirSense" è costituito da un corpo diffusivo in acido polilattico nel quale si inserisce la cartuccia adsorbente in acido polilattico.

Principio di funzionamento

La cartuccia utilizzata è impregnata di acido fosforico

Esposizione

Il periodo di esposizione consigliato è 10 giorni per campionamenti outdoor.

Durata e conservazione

Le cartucce se conservate a temperatura ambiente sono stabili per 3 mesi dalla data di produzione. Dopo l'esposizione le cartucce sono stabili per almeno 40 giorni se conservate in provette tappate a temperatura ambiente in un locale non contaminato di ammoniaca.

Analisi del campione

Materiali:

- Provetta in plastica o vetro da 12,0 ml con tappo
- Micropipetta a volume variabile fra 0,10 e 1,00 mL;
- Pipetta da 5mL;

Reattivi:

- tampone (pH 10,6): sciogliere 1,10 g di $NaOH$ e 3,04 g di $NaHCO_3$ in 1,00 L di acqua;
- fenolo: sciogliere 10,0 g di fenolo in 100 mL di etanolo;
- cianoferrato: sciogliere 0,5g di sodio pentacianonitrosilferrato diidrato ($Na_2Fe(CN_5)NO \cdot 2H_2O$) in 100mL di acqua e aggiungervi 2-3 gocce di $NaOH$ al 10%. Conservare in bottiglia scura e preparare fresco.
- ossidante: ipoclorito di sodio al 1% di cloro attivo in $NaOH$ 0,20M. Conservare al freddo e in una bottiglia scura.

Procedura:

Aggiungere alla provetta contenente la cartuccia adsorbente 10,0 mL di acqua deionizzata, tappare la provetta e agitare con l'aiuto di un vortex per almeno 15 secondi.

Prelevare 1,00 mL di estratto ed introdurlo in una seconda provetta insieme con 0,40 mL di Fenolo, 0,40 mL di cianoferrato, 5,00 mL di tampone e 1,00 mL di ossidante. Attendere 1 ora e leggere l'assorbanza a 635 nm contro acqua.

Si consiglia di effettuare almeno un bianco con una cartuccia dello stesso lotto, trattata allo stesso modo.





Acido Cloridrico (HCl)

Descrizione dell'unità

Il campionatore "AirSense" è costituito da un corpo diffusivo in acido polilattico nel quale si inserisce la cartuccia adsorbente in resina purificata.

Principio di funzionamento

La cartuccia utilizzata è riempita con gel di silice mesh 35/70.

Esposizione

Il periodo di esposizione consigliato è di 2 giorni per campionamenti outdoor.

Durata e conservazione

Le cartucce se conservate a temperatura ambiente sono stabili per 3 mesi dalla data di produzione.

Analisi del campione

Introdurre nella provetta contenente la cartuccia adsorbente 2,00 mL di acqua (priva di cloruri) e agitare per 1-2 minuti.

Analizzare la soluzione al cromatografo ionico, sottrarre il valore di bianco dell'acqua e di una cartuccia non esposta.

Preparare una curva di calibrazione, utilizzando soluzioni di cloruro di sodio o di potassio con concentrazioni comprese tra 0,50 e 25,0 mg/L di ione cloruro.

Si consiglia di effettuare almeno un bianco con una cartuccia dello stesso lotto, trattata allo stesso modo





Acido Solfidrico (H_2S)



Descrizione dell'unità

Il campionatore "AirSense" è costituito da un corpo diffusivo in acido polilattico nel quale si inserisce la cartuccia adsorbente impregnata di acetato di zinco.

Principio di funzionamento

La cartuccia utilizzata reagisce con l'acido solfidrico presente in aria formando il solfuro di zinco. Dalla quantità di solfuro di zinco presente sulla superficie adsorbente si risale alla concentrazione di acido solfidrico in aria.

Esposizione

Il periodo di esposizione consigliato è da 1 giorno a 2 settimane per campionamenti outdoor.

Durata e conservazione

Le cartucce se conservate a 4° C sono stabili per 3 mesi dalla data di produzione.

I campioni, conservati in frigo, devono essere lasciati a temperatura ambiente per almeno 1 ora prima di eseguire l'analisi.

Analisi del campione

Preparazione della soluzione di cloruro ferrico-ammina:

- Cloruro ferrico: sciogliere 100,0 g di cloruro ferrico esaidrato ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$) in 40,0 ml di acqua
- Acido solforico: lentamente e con attenzione, aggiungere alla soluzione di cloruro ferrico 35,0 ml di una soluzione di acido solforico preparata aggiungendo molto lentamente 40,0 ml di acido solforico concentrato a 900,0 ml di acqua, dopo aver lasciato raffreddare si porta a volume a 1000 ml.
- Ammina: sciogliere 6,75 g di N,N-dimetil-p-fenilendiammonio ossalato nell'intera soluzione di acido solforico. Diluire questa soluzione a 1 litro con acido solforico concentrato-acqua 1:1. Questa soluzione, se conservata in bottiglia di vetro scuro ben chiusa, è stabile per almeno 4 settimane.
- Cloruro ferrico-ammina: mescolare 10,0 ml di cloruro ferrico con 50,0 ml di ammina (tale soluzione deve essere preparata fresca ogni volta)

Introdurre nella provetta contenente la cartuccia adsorbente 10,0 mL di acqua deionizzata e agitare per 1-2 minuti.

Aggiungere 0,50 mL di una soluzione di cloruro ferrico-ammina.

Attendere 30 minuti e leggere l'assorbanza a 665 nm contro l'acqua.

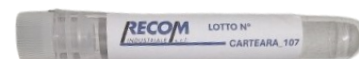
Si consiglia di effettuare almeno un bianco con una cartuccia dello stesso lotto, trattata allo stesso modo

La retta di taratura può essere sviluppata con soluzioni standard di solfuro di sodio, titolate subito prima del loro impiego, ricordandosi che le soluzioni diluite sono instabili (in 1 ora il titolo può diminuire anche più del 10%)





Acido Fluoridrico (HF)



Descrizione dell'unità

Il campionatore "AirSense" è costituito da un corpo diffusivo in acido polilattico nel quale si inserisce la cartuccia adsorbente in acido polilattico.

Principio di funzionamento

La cartuccia utilizzata è impregnata da trietanolammina. La TEA è in grado di chemiadsorbire l'acido fluoridrico gassoso.

Lo ione fluoruro viene determinato in cromatografia ionica.

Esposizione

Il periodo di esposizione consigliato è tra 2 ore e 14 giorni per campionamenti outdoor.

Indoor tra i 15 minuti e le 8 ore.

Durata e conservazione

Le cartucce se conservate al buio e a 4°C sono stabili per 3 mesi dalla data di produzione.

Analisi del campione

Introdurre nella provetta contenente la cartuccia adsorbente 5,0 mL della soluzione eluente utilizzata nella cromatografia e agitare per 1-2 minuti. Attendere 10 minuti, agitare a mano ed iniettare nel cromatografo ionico. *Sottrarre il valore di bianco dalla risposta dei campioni utilizzando una o due cartucce non esposte, trattate allo stesso modo.*





Fenoli con desorbimento termico

Descrizione dell'unità

Il campionatore "AirSense" è costituito da un corpo diffusivo in acido polilattico nel quale si inserisce la cartuccia contenente TENAX-TA.

Principio di funzionamento

La cartuccia utilizzata è riempita con TENAX-TA.

Il TENAX-TA adsorbe:

1. fenolo
2. -metilfenolo (o-cresolo)
3. 3-metilfenolo (m-cresolo)
4. 4-metilfenolo (p-cresolo)
5. 2,3-dimetilfenolo
6. 2,5-dimetilfenolo
7. 2,6-dimetilfenolo
8. 3,4-dimetilfenolo
9. 3,5-dimetilfenolo

Esposizione

Il periodo di esposizione consigliato è tra 2 ore e 14 giorni per campionamenti outdoor.
Indoor tra le 2 ore e le 8 ore.

Durata e conservazione

Le cartucce devono essere conservate in ambiente pulito e privo di solventi a temperatura ambiente. Dopo il campionamento se conservate a 4°C in un ambiente privo di solventi sono stabili per 3 mesi dalla data di produzione.

Analisi del campione

- **Desorbimento termico**

La cartuccia con il diametro esterno che coincide con il diametro interno dei tubi da ¼ di pollice del desorbitore termico. Inoltre, la sua lunghezza è tale che, introdotta nel tubo fino all'incisione, che agisce da blocco, essa vi si posizioni esattamente al centro. Una volta tappato, il tubo va sistemato nel carosello del desorbitore termico con le incisioni verso il basso

Il desorbimento termico di fenolo, metilfenolo e dimetilfenolo va effettuato a 280°C per 10 minuti, ad un flusso di elio pari a 100 ml·min⁻¹.

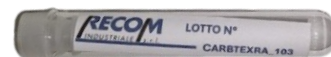
- **Analisi GC-MS**

Colonna cromatografica: lunghezza 60 m X 0,25 mm X 0,25 µm 5% fenil-polimetilsilossano a basso spurgo; la testa della colonna può essere collegata direttamente alla valvola a sei vie del desorbitore termico. Rivelatore: spettrometro di massa a quadrupolo, acquisizione "scan"

Rincondizionamento

Le cartucce possono esser ricondizionate riscaldandole a 280°C per almeno 20 minuti in flusso di elio o azoto (100 ml·min⁻¹)





Composti Organici Volatili (COV) con desorbimento termico

Descrizione dell'unità

Il campionatore "AirSense" è costituito da un corpo diffusivo in acido polilattico nel quale si inserisce la cartuccia contenente CARBOGRAPH 4.

Principio di funzionamento

La cartuccia utilizzata è riempita con CARBOGRAPH-4.

I COV saranno catturati per adsorbimento dal Carbograph-4, recuperati per desorbimento termico ed analizzati con GC-MS

Esposizione

Il periodo di esposizione consigliato è fino a 7 giorni per campionamenti outdoor.

Indoor tra le 2 ore e le 8 ore.

Durata e conservazione

Le cartucce possono essere conservate fino a 6 mesi dalla data di produzione

Dopo il campionamento se conservate a 4°C in un ambiente privo di solventi sono stabili per 2 mesi dalla data di produzione.

Analisi del campione

- **Desorbimento termico**

La cartuccia con il diametro esterno che coincide con il diametro interno dei tubi da ¼ di pollice del desorbitore termico. Inoltre, la sua lunghezza è tale che, introdotta nel tubo fino all'incisione, che agisce da blocco, essa vi si posizioni esattamente al centro. Una volta tappato, il tubo va sistemato nel carosello del desorbitore termico con le incisioni verso il basso

Il desorbimento termico va effettuato alla temperatura di 350°C per un tempo di almeno 6 minuti, in flusso di elio a 100 ml/min.

La trappola di crio-focalizzazione (di uso generale, impaccata con Tenax-TA®) deve essere desorbita a temperature comprese fra 270 e 290°C

- **Analisi GC-MS**

Colonna gascromatografica: lunghezza 60 m, X 0,25 mm X 0,25 µm 5% fenil-polimetilsilossano a basso spurgo; la testa della colonna può essere collegata direttamente alla valvola a sei vie del desorbitore termico. Rivelatore: spettrometro di massa a singolo

Rincondizionamento

Le cartucce possono essere ricondizionate riscaldandole a 360°C per almeno 20 minuti in flusso di elio o azoto (100 ml·min⁻¹)





Kit di calibrazione BTEX desorbimento termico

Il kit di calibrazione è utilizzato per l'analisi dei BTEX campionati in ambienti urbani dalle cartucce inox mesh 120 e desorbiti termicamente.

Il kit può essere utilizzato per la calibrazione di routine.

Il kit è composto da 12 cartucce di cui 3 bianchi. Le altre nove, divise in tre gruppi da tre, sono state precaricate con BTEX per simulare esposizioni di 7 giorni alle concentrazioni:

STDN1: $8,10 \frac{\mu\text{g}}{\text{m}^3}$

STDN2: $14,10 \frac{\mu\text{g}}{\text{m}^3}$

STDN3: $43,00 \frac{\mu\text{g}}{\text{m}^3}$

Analisi del campione

-Materiali necessari:

- CS_2 al 99.9%;
- Pipetta tarata;
- Filtro con micropori da 0,45 μm ;

Procedura:

All'interno della provetta contenente la cartuccia introdurre 2,00 ml di CS_2 , riporla successivamente all'interno di un bagno a ghiaccio e agitarla saltuariamente per 30 minuti. Successivamente filtrare la soluzione e inserirla all'interno di una vial per gas-cromatografia assicurandosi che sia ben tappata fino al momento dell'analisi.

Nel caso l'analisi non venisse effettuata nell'immediato si consiglia di estrarre la cartuccia e buttarla.

Allo stesso modo preparare standard per la curva di calibrazione, utilizzando concentrazioni comprese tra 0,10 e 10,0 mg/L.

Analisi strumentale

Il metodo proposto di seguito è solo indicativo.

Materiali necessari:

- Colonna DB-HeavyWAX
- Gas Cromatografia con detector FID;

Specifiche della GC-FID

- Colonna: DB-Heavywax 0.32mm x 30,0 m x 0.25 μm
- Inlet: 260°C 1 μL
- Iniezione: 10 μl ;
- Split rapporto: 25/1
- Carrier N_2 a pressione costante di 20 psi
- temperatura dell'iniettore: 240 °C;
- temperatura iniziale del forno a 35 °C per 5 minuti, 5 °C/min fino a 90 °C, mantenimento per 3 minuti, 10 °C/min fino a 220 °C, isoterma finale per 5 minuti.





Calcolo della Concentrazione con il corpo diffusivo Air Sense

La concentrazione media C nell'intero periodo di esposizione, espressa in $\frac{\mu\text{g}}{\text{m}^3}$, si calcola mediante la seguente equazione:

$$C \frac{\mu\text{g}}{\text{m}^3} = \frac{\text{massa}(\mu\text{g})}{Q \left(\frac{\text{ml}}{\text{min}} \right) * t (\text{min})} \times 1000000$$

Dove:

$\text{massa}(\mu\text{g})$

$Q \left(\frac{\text{ml}}{\text{min}} \right)$ = Portata indicata in tabella¹²³

$t (\text{min})$ = tempo di campionamento

inquinante	$Q \left(\frac{\text{ml}}{\text{min}} \right)$
formaldeide	34,97
acetaldeide	27,32
acetone	22,51
acroleina	23,17
propanale	22,51
crotonaldeide	20,11
benzaldeide	15,74
p-toluenealdeide	14,64
esanale	15,95
2butanone	19,45
butanale	19,45
benzene	20,33
toluene	18,58
etilbenzene	16,39
p-xilene	14,86
m-xilene	14,64

inquinante	$Q \left(\frac{\text{ml}}{\text{min}} \right)$
3,4-dimetilfenolo	14,49
3,5-dimetilfenolo	14,38
acrilonitrile	23,23
acetoneitrile	26,53
alcool benzilico	15,63
etil acetato	18,88
bromoclorometano	20,89
butanolo	5,22
sec-butanolo	19,54
tert-butanolo	19,15
etilacetato	18,88
isopropilacetato	16,89
isobutilacetato	15,12
2-etossietilacetato	13,38
2-butossietanolo	13,79
carbonio tetracloruro	18,16

¹ Yaws, «Diffusion Coefficient in Air – Organic Compounds».

² Shields e Weschler, «Analysis of Ambient Concentrations of Organic Vapors with a Passive Sampler».

³ Lugg, «Diffusion Coefficients of Some Organic and Other Vapors in Air».





o-xilene	15,95
Biossido di azoto (NO ₂)	33,66
fenolo	17,42
o-cresolo	15,89
m-cresolo	15,71
p-cresolo	15,67
2,3-dimetilfenolo	16,22
2,5-dimetilfenolo	14,51
2,6-dimetilfenolo	13,94
N,N-dimetilformamide	21,35
1,4-dioxane	20,22
n-dodecane	10,38
n-esano	16,06
1-esanolo	13,62
etanolo	25,92
etere etilico	20,13
2-etil-1-esanolo	11,80
2-etossietanolo	17,29
etil-tert-butil etere	16,39
n-pentano	18,47
n-propilacetato	16,85
alph-pinene	14,01
n-propilbenzene	14,67
stirene	15,39
tetracloroetilene	17,48

cicloesano	18,49
clorobenzene	16,39
cloroformio	19,47
diacetone alcohol	14,21
o-diclorobenzene	14,97
ammoniaca	43,23
p-diclorobenzene	14,93
m-diclorobenzene	14,91
isopropanolo	21,79
limonene	13,57
metanolo	33,35
metilcicloesano	16,61
metilciclopentano	18,36
metiletilchetone	19,80
metilmetacrilato	17,46
2-metilpentano	16,37
3-metilpentano	16,46
2-metossietanolo	19,39
1-metossi-2-propanolo	17,53
naftalene	15,45
n-nonano	12,57
n-ottano	13,51
tricloroetilene	19,19
1,2,4-trimetilbenzene	14,71
n-undecanolo	10,67





tetraidrofurano	20,98
H ₂ S	39,34

HCl	26,45
HF	48,08





Lista reagenti

reagenti	Acquistati da
Acetonitrile 99.9%	Sigma Aldrich s.r.l. 34888-M
CS ₂	Sigma Aldrich s.r.l. 270660
Sulfonilammide	Sigma Aldrich s.r.l. S9251
H ₃ PO ₄	Riedel-de Haën 30417
N-(1-naftil)-etilendiammina	Sigma Aldrich s.r.l. N9125
NaOH	Sigma Aldrich s.r.l. S5881
NaHCO ₃	Biochem 319290500
sodio pentacianonitrosilferrato diidrato (Na ₂ Fe(CN ₅)NO * 2H ₂ O)	Sigma Aldrich s.r.l. 228710
cloruro ferrico esaidrato (FeCl ₃ * 6H ₂ O)	Bio Chem 309030500
acido solforico	Carlo Erba 410306000





N,N-dimetil-p-fenilendiammonio ossalato	Sigma Aldrich s.r.l. 409758
Tenax TA	Merck 21009-U.
Carbograph-4	LARA s.r.l 4406
Fluoresil	VWR BDH CHEMICALS 150243C
Gel di silice	Sigma Aldrich s.r.l. 60746
Fenolo	Sigma Aldrich s.r.l 33517
Etanolo	Carlo Erba 528764

i

