



Aldeidi

Componenti di radiello da utilizzare

Corpo diffusivo blu codice 120-1

Piastra di supporto codice 121

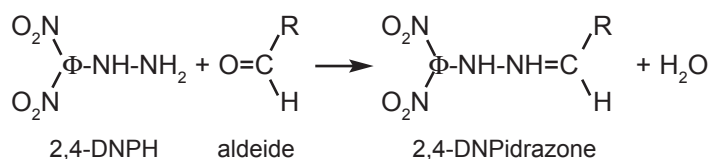
Adattatore verticale codice 122 (opzionale)

Cartuccia chemiadsorbente codice 165

Kit di filtrazione codice 174 (solo per l'analisi)

Principio

La cartuccia codice 165 è in rete di acciaio inossidabile 100 mesh riempita di florisil rivestito di 2,4-dinitrofenilidrazina (2,4-DNPH). Le aldeidi reagiscono con la 2,4-DNPH per dare il corrispondente 2,4-dinitrofenilidrazone



I 2,4-dinitrofenilidrazoni sono estratti con acetonitrile e sono analizzati mediante HPLC in fase inversa con rivelatore UV.

Portate di campionamento

La tabella sottostante riporta i valori delle portate di campionamento a 298 K (25 °C) e 1013 hPa.

	portata ml·min ⁻¹	intervallo di linearità µg·m ⁻³ ·min	limite di rivelabilità ¹ µg·m ⁻³	incertezza a 2σ %
acetaldeide	84	1.000÷12.000.000	0,1	15,9
acroleina	33	3.000÷3.000.000	0,3	16,5
benzaldeide	92	1.000÷8.000.000	0,1	17,2
butanale	11	9.000÷10.000.000	0,9	23,5
esanale	18	5.000÷15.000.000	0,6	20,2
formaldeide	99	1.000÷4.000.000	0,1	13,8
glutaraldeide	90	1.000÷3.000.000	0,1	14,5
isopentanale	61	1.500÷12.000.000	0,2	17,0
pentanale	27	4.000÷12.000.000	0,4	22,9
propanale	39	3.000÷8.000.000	0,3	17,1

¹in seguito a 7 giorni di esposizione

Effetto della temperatura, dell'umidità e della velocità dell'aria

La variazione della portata di campionamento con la temperatura espressa in kelvin (K) in relazione alla portata di campionamento a 298 K è espressa da

$$Q_K = Q_{298} \left(\frac{K}{298} \right)^{0,35}$$

dove Q_K è la portata alla temperatura K e Q_{298} è il valore di portata alla temperatura di riferimento di 298 K. Ciò comporta una variazione del ±1% per ogni 10 °C in più o in meno di 25 °C.

La portata di campionamento è invariante con l'umidità nell'intervallo 15-90% e con la velocità dell'aria fra 0,1 e 10 m·s⁻¹.



Calcoli

La concentrazione media dell'intero periodo di esposizione C in $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ si calcola con l'espressione seguente

$$C [\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}] = \frac{m [\mu\text{g}]}{Q [\text{ml}\cdot\text{min}^{-1}] \cdot t [\text{min}]} \cdot 1.000.000$$

dove:

m = massa di aldeide reperita in μg

t = tempo di esposizione in minuti

Esposizione

La durata dell'esposizione ottimale varia con la concentrazione attesa. Prendendo a riferimento la formaldeide, sono usuali valori di $5\text{-}30 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ in atmosfera urbana e di $20\text{-}200 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ in ambiente indoor. Negli ambienti di lavoro, la concentrazione può essere anche di $2.000\text{-}3.000 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ per brevi periodi: può quindi essere utile valutare l'entità delle punte (il cosiddetto STEL). I tempi di esposizione consigliati sono mostrati nella tabella sottostante.

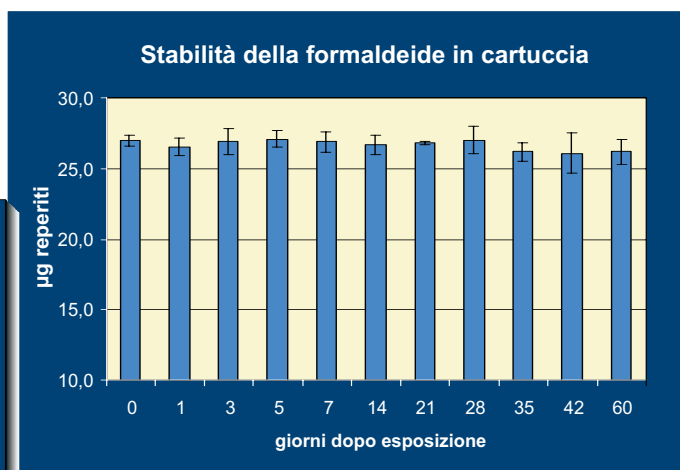
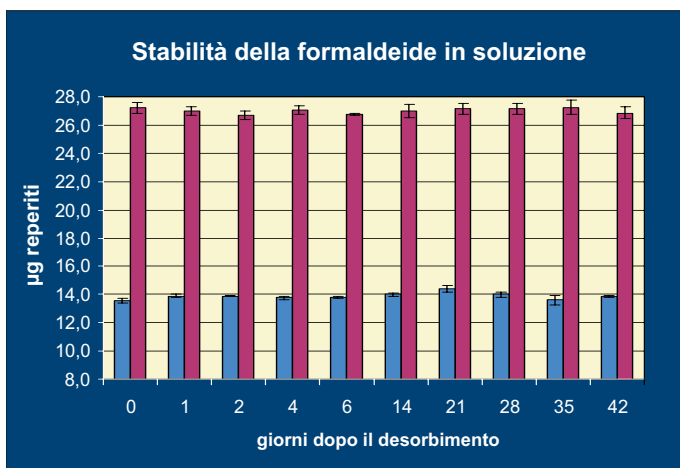
Tempi di esposizione consigliati

	ambiente esterno	ambiente indoor	ambiente di lavoro	
			conc. media	conc. di punta
minimo	8 h	8 h	2 h	15 minuti
massimo	7 giorni	7 giorni	8 h	1 h

Non usate tutte le cartucce dello stesso lotto (il numero del lotto è stampato sull'involucro di plastica): conservatene almeno due come "bianco".

Durata e conservazione

Le cartucce vanno custodite al buio a $4 \text{ }^\circ\text{C}$. Mantenate nella loro confezione integra, sono stabili per almeno sei mesi dalla data di fabbricazione. Le cartucce mostrano un "bianco" originario di formaldeide di circa $0,05 \mu\text{g}$, equivalente ad una concentrazione in aria di $0,05 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ in seguito all'esposizione di una settimana o di $1 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ per esposizione di 8 ore. Nel tempo, il valore di bianco può aumentare. La data di scadenza (stampata sull'involucro trasparente) indica il termine entro il quale il valore di bianco della formaldeide di cartucce conser-



Stabilità della formaldeide successivamente al campionamento nella cartuccia (in alto) e in soluzione (a sinistra). I test si riferiscono a cartucce esposte per una settimana in camera ad atmosfera a titolo noto a $25 \text{ }^\circ\text{C}$ e al 50% di umidità relativa. Ciascuna barra dell'istogramma rappresenta il valore medio e l'errore dell'analisi di sei cartucce.



vate correttamente non è superiore a 0,2 µg. Oltre la scadenza, le cartucce sono ancora utilizzabili compatibilmente con il limite di sensibilità analitica desiderato: sarà sufficiente controllarne il valore di bianco prima di usarle. All'atto della preparazione, il valore di bianco delle altre aldeidi si confonde con il rumore strumentale e non aumenta fino alla data di scadenza se le cartucce sono conservate correttamente.

Dopo l'esposizione, mantenute tappate a 4 °C, le cartucce sono stabili per almeno 60 giorni; estratta la cartuccia dalla soluzione desorbente (v. Analisi), la soluzione, mantenuta tappata a 4 °C, è stabile per almeno 42 giorni (v. a pag. C2).

Analisi

Desorbimento

Materiali necessari

- acetonitrile di grado HPLC
- pipetta tarata in classe A da 2 ml
- filtro micropori da 0,45 µm resistente all'acetonitrile

Procedura

Introdurre 2 ml di acetonitrile nella provetta contenente la cartuccia e agitare di tanto in tanto per 30 minuti. Estrarre la cartuccia e scartarla. Filtrare la soluzione e mantenerla ben tappata fino al momento dell'analisi. Se l'analisi è differita, conservare la soluzione a 4 °C.

Analisi strumentale

Il metodo proposto nel seguito è solo indicativo; in base alla sua esperienza, l'analista può optare per un metodo alternativo in tutto o in parte che garantisca risultati pari o superiori.

Materiali necessari

- colonna in fase inversa C₁₈, 150 mm di lunghezza, 4,6 mm di diametro, 5 µm granulometria del supporto
- HPLC con sistema di eluizione in programma di solvente e detector UV

Procedura

Disporre il detector alla lunghezza d'onda di 365 nm. Iniettare fra 10 e 50 µl di soluzione ed eluire come segue:

- flusso: 1,9 ml/min
- programma di solvente: eluizione isocratica per 10 minuti con acetonitrile/acqua 38:62 v/v, gradiente in 10 minuti ad acetonitrile/acqua 75:25 v/v, gradiente inverso in 5 minuti ad acetonitrile/acqua 38:62 v/v.

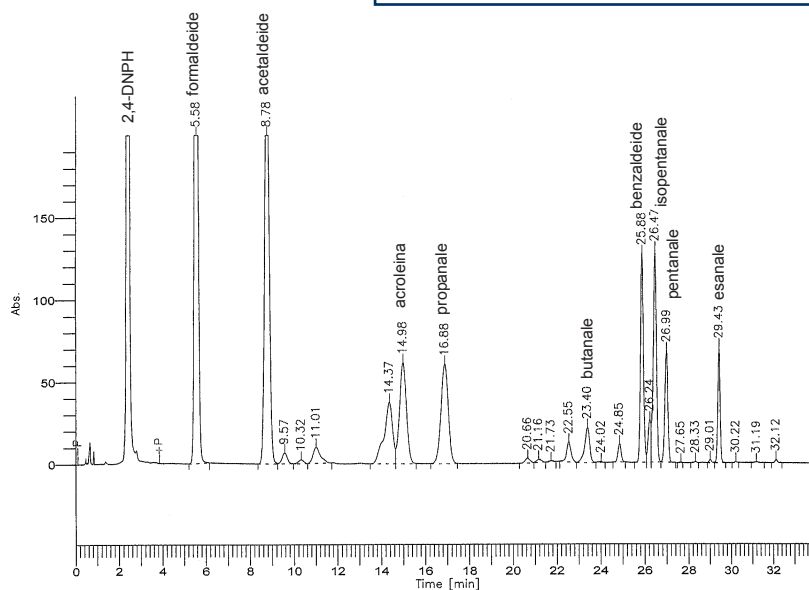
Accanto è mostrato il cromatogramma di un campione reale analizzato nelle condizioni appena descritte.

SUGGERIMENTO

Per la corretta e rapida filtrazione utilizzate il kit **codice 174**.

Per un'accurata taratura utilizzate la soluzione di calibrazione **codice 302**.

IMPORTANTE: accertatevi che il picco della 2,4-DNPH sia presente ed abbondante: in caso contrario, la cartuccia potrebbe essere stata saturata.



cromatogramma HPLC di aldeidi campionate con **radiello**

IMPORTANTE

L'**acroleina** produce tre picchi cromatografici, due dei quali non sono ben separati. Solo il picco più abbondante (tempo di ritenzione 14,98 minuti) è stabile: calcolare la concentrazione su questo picco ignorando gli altri.

L'**isopentanale** produce due picchi non completamente risolti: il calcolo della sua concentrazione deve essere eseguito sulla somma di entrambi.



SUGGERIMENTO

Se fate molte analisi di aldeidi, un lettore di codice a barre vi farà risparmiare molto tempo e ridurrà le probabilità di errore nella trascrizione del codice dell'etichetta.

Non esitate a chiederci aiuto nella gestione del lettore.

Abbiamo anche sviluppato software di gestione dei dati analitici per la produzione automatizzata dei rapporti.

Interferenze

Altri composti carbonilici

Tutti i composti carbonilici, inclusi i chetoni, reagiscono con la 2,4-DNPH ma non interferiscono scegliendo opportunamente le condizioni analitiche.

Tuttavia, sebbene nelle condizioni analitiche suggerite il picco dell'acetone sia ben separabile da quello dell'acroleina, quest'ultimo viene depresso di circa il 25% se la concentrazione dell'acetone è superiore a $50.000 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$.

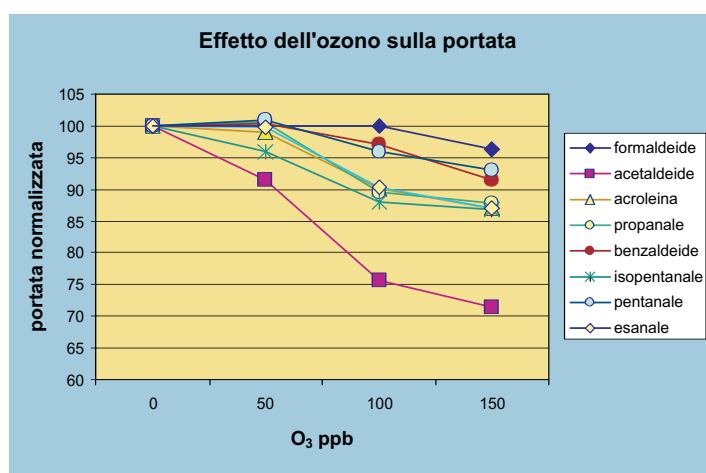
Ozono

In letteratura è documentata l'ozonolisi dei 2,4-dinitrofenilidrazoni su supporti attivi come il gel di silice.

Sulla cartuccia codice 165, il cui supporto è florisil, l'ozonolisi avviene in misura di gran lunga inferiore a quanto accade per tutti i campionatori di aldeidi del commercio, sia a diffusione sia a pompa, e diventa apprezzabile solo per concentrazione di ozono superiore a 100 ppb, intesa come **valore medio dell'intero periodo di esposizione**. Poiché tale evento non è frequente, in genere non è necessario apportare alcun fattore correttivo. Se si ha la certezza che la concentrazione media di ozono sia stata pari o superiore a 100 ppb, usare i valori di portata corretti mostrati dalla tabella sottostante, dove $[\text{O}_3]$ è la concentrazione di ozono espressa in ppb.

I valori di portata della tabella sono quelli riferiti a 298 K (25°C): per discostamenti superiori a $\pm 10^\circ\text{C}$, sostituire il valore base (ad esempio, $99 \text{ ml}\cdot\text{min}^{-1}$ per la formaldeide) con quello ricavato dall'equazione di pag. C1.

Non sono disponibili dati sperimentali per il butanale e la glutaraldeide.



Portata di campionamento in funzione della concentrazione di ozono, posta uguale a 100 quella misurata a concentrazione zero di ozono. Con l'eccezione dell'acetaldeide, l'effetto dell'ozono diventa sensibile solo a concentrazione superiore a 100 ppb, intesa come valore medio dell'intero periodo di esposizione.

	portata corretta $\text{ml}\cdot\text{min}^{-1}$
acetaldeide	$84-0,018[\text{O}_3]^*$
acroleina	$33-0,027[\text{O}_3]$
benzaldeide	$92-0,05[\text{O}_3]$
esanale	$18-0,02[\text{O}_3]$
formaldeide	$99-0,02[\text{O}_3]$
isopentnale	$61-0,06[\text{O}_3]$
pentanale	$27-0,01[\text{O}_3]$
propanale	$39-0,03[\text{O}_3]$

Valori di portata corretti in funzione della concentrazione di ozono $[\text{O}_3]$ espressa in ppb (applicare solo per $[\text{O}_3] > 100 \text{ ppb}$)

*applicare per concentrazioni di ozono pari o superiori a 50 ppb