

## Allegato C

### Purificazione dell'estratto organico di polveri (esempio di procedura)

#### C.1 Generalità

La procedura di purificazione descritta in quest'allegato è stata usata nel test di validazione per la normativa riferimento europea *UNI EN 15549*.

#### C.2 Reagenti e materiali

##### C.2.1 Solventi organici

par.6.3.

##### C.2.2 Cartucce d'estrazione in fase solida (SPE): generalità

Per la purificazione, utilizzare cartucce ad alto grado di purezza, di silice ovvero di silice ricoperta con cianopropilsilano. Cartucce da 1 g sono adatte allo scopo.

##### C.2.3 Cartucce d'estrazione in fase solida (SPE): procedura operativa

La cartuccia è condizionata con 6 ml di *n*-esano. L'estratto campione, diluito in esano, è trasferito nella cartuccia e le sostanze interferenti sono eliminate eluendo con 6 ml di esano. Eluendo ancora con 6 ml di una miscela *n*-esano:diclorometano 40:60 in volume, si raccolgono gli IPA. Il solvente di questa frazione è cambiato con cautela sotto flusso d'azoto in *n*-esano (par.8.2) e il residuo finale è portato a un volume opportuno di solvente per l'analisi strumentale, per es. a 1 ml con *n*-esano.

*NOTA* :Il volume di 6 ml di miscela *n*-esano:diclorometano (40:60 v/v) è stato utilizzato, nei test di validazione del riferimento *UNI EN 15549* [1], per il recupero del BaP. Nell'applicazione di questa procedura agli IPA, ogni laboratorio d'analisi dovrebbe verificare che il volume indicato sia idoneo per il recupero di tutti gli IPA da determinare.

##### C.2.4 Cromatografia su colonna (CC): generalità

Per la purificazione si può ricorrere alla cromatografia su colonna, impiegando silice o allumina (basica/neutra) come fase adsorbente. L'estratto delle polveri atmosferiche, trasferito su colonna, è eluito in successione con solventi di polarità crescente. Composti apolari (idrocarburi alifatici, policlorobifenili) e sostanze molto polari sono eluiti rispettivamente prima e dopo gli IPA. La "frazione degli IPA" è ridotta quasi a secco, ridisciolta in opportuno solvente e trasferita all'analisi chimica strumentale.

##### C.2.5 Cromatografia su colonna (CC): procedura operativa

Un esempio applicativo è il seguente: 6 g di allumina neutra per cromatografia Brockmann (precedentemente attivata a 235°C per 16 h e parzialmente disattivata con acqua al 2,5% in peso) sono collocati in una colonna dotata di setto poroso in vetro (C.i. = 9 mm, h = 300 mm). La colonna cromatografica è dilavata con 10 ml d'isooctano (iC<sub>8</sub>). Si trasferisce l'estratto campione (dissolto in ~250 µl di isooctano) in testa alla colonna (scartando l'eluuto); si operano ancora tre lavaggi con 250 µl di iC<sub>8</sub> e due da 1.0 mL, scartando ancora l'eluuto. Si eluisce la colonna con 6 ml



di  $iC_8$ , che si scartano. La provetta di raccolta dell'estratto campione è sciacquata con una miscela di  $n$ -esano ( $nC_6$ ) e diclorometano (DCM) (60:40 in volume), procedendo analogamente al lavaggio con isoottano. La colonna è eluita con 9 ml di  $nC_6$ /DCM e l'eluato (contenete gli IPA cancerogeni) è raccolto. L'eluato è ridotto a secco con cautela sotto flusso d'azoto (par.8.2) e il residuo finale è portato a un volume opportuno di solvente per l'analisi strumentale, per es. a 1 ml con toluene.

