

Determinazione di PFC in LC/MS/MS

PROPOSTA METODOLOGICA

Dr. Giovanni Libero Giusto
Giovanni.L.Giusto@me.com



Sviluppo metodo

Necessità analitiche:

- 1)selettività;
- 2)sensibilità (garantire Lod secondo direttive e linee guida);
- 3)riproducibilità;
- 4)multiparametrico;
- 4)utilizzabile su più matrici.

Stato dell'arte:
tecnica analitica

Spettrometria di
massa a triplo
quadrupolo (MS/MS)

Cromatografia liquida

Composti non volatili

Dr. Giovanni Libero Giusto
Giovanni.L.Giusto@me.com

Sviluppo metodo (2)

- ▶ Miglior tecnica disponibile:
UHPLC/MS/MS

Dr. Giovanni Libero Giusto
Giovanni.L.Giusto@me.com

Composti analizzati (26 composti):

| | |
|---|--|
| Acido perfluoro butanoico (PFBA) | Acido 7H-perfluoro eptanoico (HPFHpA) |
| Acido perfluoro pentanoico (PFPA) | Acido perfluoro-3,7-dimetilottanoico (PF-3,7-DMOA) |
| Acido perfluoro esanoico (PFHxA) | Perfluoro butan solfonato (PFBS) |
| Acido perfluoro eptanoico (PFHpA) | Perfluoro esan solfonato (PFHxS) |
| Acido perfluoro ottanoico (PFOA) | Perfluoro eptan solfonato (PFHpS) |
| Acido perfluoro nonanoico (PFNA) | Perfluoro ottan solfonato (PFOS) |
| Acido perfluoro decanoico (PFDA) | Perfluoro decan solfonato (PFDS) |
| Acido perfluoro undecanoico (PFUnA) | Perfluoro ottan solfonamide (PFOSA) |
| Acido perfluorododecanoico (PFDoA) | N-etil perfluoro ottan solfonamidetano (NETFOSE) |
| Acido perfluoro tridecanoico (PFTrA) | 8:2 Fluorotelomeralcol (8:2 FTOH) |
| Acido perfluoro tetradecanoico (PFTA) | 4:2 Fluorotelomer solfonato (4:2 FTS) |
| Acido 2H,2H,3H,3H-perfluoro undecanoico (H4PFUnA) | 6:2 Fluorotelomer solfonato (6:2 FTS) |
| Acido 2H,2H-perfluoro decanoico (H2PFHpA) | 8:2 Fluorotelomer solfonato (8:2 FTS) |

Dr. Giovanni Libero Giusto
Giovanni.L.Giusto@me.com

Tipologie di campioni analizzabili

- ▶ Fanghi, sedimenti, terreni;
- ▶ Liquidi (matrici acquose);
- ▶ Alimenti, biota;
- ▶ Siero;
- ▶ Prodotti di consumo.

Dr. Giovanni Libero Giusto
Giovanni.L.Giusto@me.com



Sviluppo metodo (3): fasi analitiche

▶ 3 Fasi analitiche:

- 1) Preparazione campione
- 2) Analisi strumentale
- 3) Quantificazione ed espressione del risultato analitico

Dr. Giovanni Libero Giusto
Giovanni.L.Giusto@me.com



Fase 1: preparazione campione

- ▶ Campioni acquosi
- ▶ Campioni solidi o campioni multifase (con bassa componente acquosa)
- ▶ Campioni multifase con alta componente acquosa

Dr. Giovanni Libero Giusto
Giovanni.L.Giusto@me.com



LG-INCA
analytical and technical services

 LABORATORI GIUSTO group

Preparazione campione: campioni acquosi

- ▶ Controllo pH (se necessario aggiustarlo a pH= ca. 6.3) con NaOH o HCl
- ▶ Aggiunta di 9 standard interni marcati sul carbonio: $^{13}\text{C}_4$ -PFBA, $^{13}\text{C}_2$ -PFHxA, $^{13}\text{C}_8$ -PFOA, $^{13}\text{C}_5$ -PFNA, $^{13}\text{C}_2$ -PFDA, $^{13}\text{C}_2$ -PFUnA, $^{13}\text{C}_2$ -DoA, $^{18}\text{O}_2$ -PFHxS e $^{13}\text{C}_4$ -PFOS
- ▶ Estrazione/clean up in SPE (copolimerica): 500ml di campione -> eluizione con 4ml di MeOH
- ▶ Riduzione dell'estratto a 50 μl sotto blando flusso di azoto
- ▶ Ricostituzione con 938 μl 0.25% (v/v) NH_4OH in MeOH
- ▶ Aggiunta standard interno di iniezione (12 μl (Acido perfluoro-n-[1,2,3,4,5,6,7,8- $^{13}\text{C}_8$]ottanoico, Acido 2H-Perfluoro-[1,2- $^{13}\text{C}_2$]-2-decanoico).



Volume finale: 1 ml



Vial per autocampionatore

Dr. Giovanni Libero Giusto
Giovanni.L.Giusto@me.com

Analisi strumentale UHPLC/MS/MS

(principali) PARAMETRI MASSA:

- ▶ Scansione: MRM
- ▶ Ionizzazione: ESI-
- ▶ Gas di collisione: elio
- ▶ Voltaggio del cono: variabile per composto (25V-70V)
- ▶ Energia di collisione: variabile per composto (10eV-35eV)
- ▶ Voltaggio del capillare: 1kV

CONFIGURAZIONE UHPLC:

- ▶ Colonna: C18 (1,7 μ m, 2,1mm, 10mm) – es. Waters BEH
- ▶ Gradiente: binario (A1: 5mM NH₄Ac in H₂O + 0,1% HCOOH; B1: 90%ACN, 10%H₂O + 0,1% HCOOH;) – 0,45 ml/min – 12min)

Dr. Giovanni Libero Giusto
Giovanni.L.Giusto@me.com

Limiti di quantificazione (tutte le matrici), quantità di campione.

| Matrice | Limite di quantificazione | Quantità di campione trattata |
|----------------------------|---------------------------|-------------------------------|
| Fanghi, sedimenti, terreni | 1-5 ug/kg (s.s.) | 50g |
| Liquidi (matrici acquose) | 1-5 ng/l | 500ml |
| Alimenti, biota | 1 ug/kg | 50g |
| Siero | 125-625 ng/l | 2ml |
| Prodotti di consumo | Dipendente dalla matrice | |

Limiti di quantificazione diversi possono essere raggiunti previa richiesta.

Dr. Giovanni Libero Giusto
Giovanni.L.Giusto@me.com



Grazie dell'attenzione.

Dr. Giovanni Libero Giusto

Laboratori Giusto

LG-INCA

Mail: Giovanni.L.Giusto@me.com

Tel. 0422.853993

Mobile. 392.8478903

Dr. Giovanni Libero Giusto
Giovanni.L.Giusto@me.com



LG-INCA
analytical and technical services

 **LABORATORI GIUSTO** group