

Perspectieven in de Organische Milieuanalyse
Grobbendonk - 14 oktober 2005

**Thermische Desorptie
als alternatief voor
Solventextractie**



**Dr. Gilbert Desmet
Vlaamse Milieumaatschappij
Labo Gent
Krijgslaan 281 S2
9000 GENT**

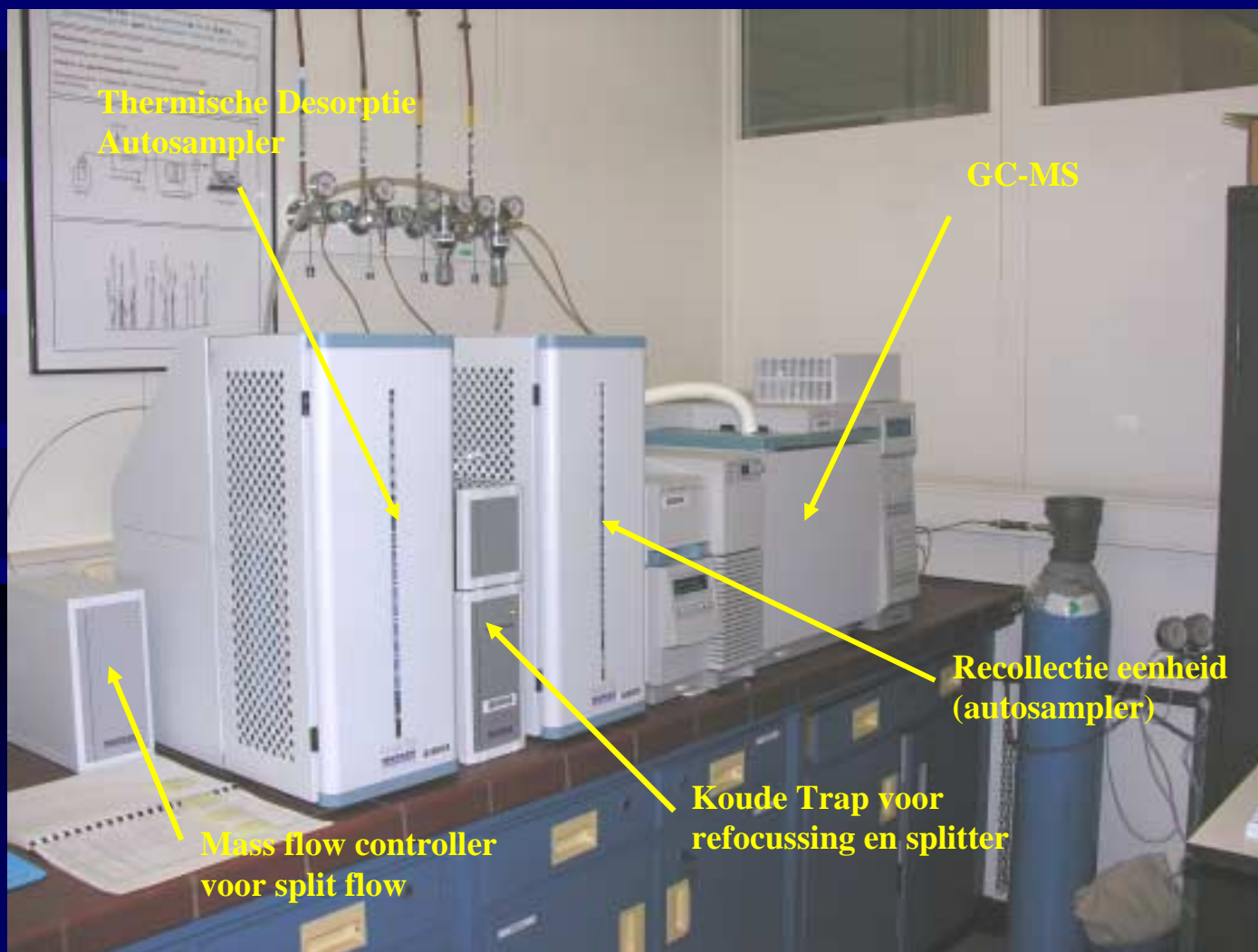


Algemeen: voordelen van TD t.o.v. SE

- Geen gebruik van solventen, geen gezondheidsrisico's
- Milieuvriendelijk (groene analytische chemie)
- geen monsterverdunning: hoge gevoeligheid
- geen storende solventpiek bij (gas)chromatografische analyse
- groot assortiment adsorbentia beschikbaar voor verschillende toepassingen
- kostenbesparend:
 - geen monstervoorbereiding: tijdsbesparing
 - geen aankoop solventen
- Apparatuur voor volledige automatisatie is beschikbaar



Overzicht van het systeem



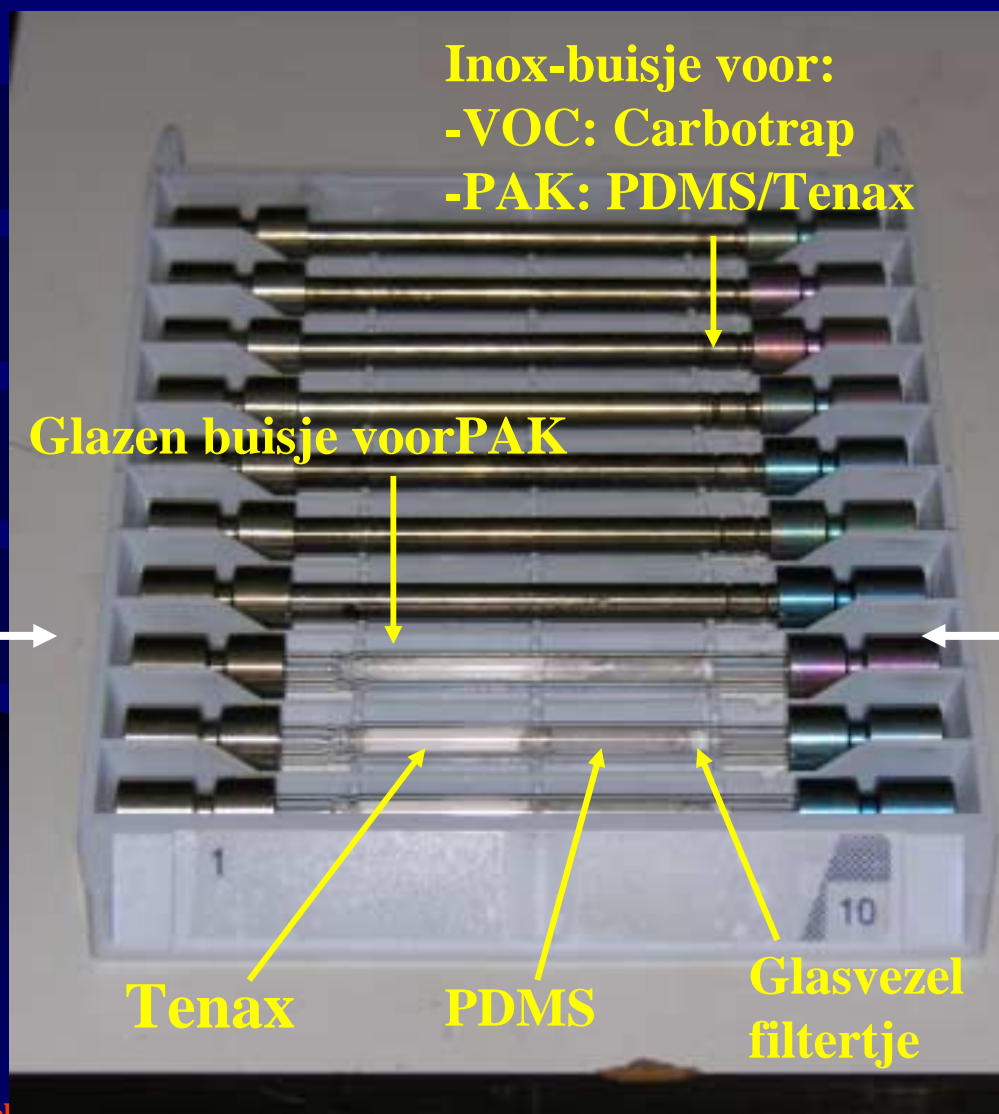


Autosampler voor thermische desorptie (100 monsters)





Buisjes in een sampling rek





Voorbeelden van toepassingen voor milieuanalysen

- Analyse van omgevingslucht: vluchtige organische componenten (VOC)
- Analyse van omgevingslucht: polyaromatische koolwaterstoffen (PAK)
- Analyse van waterbodem: PAK



VOC in omgevingslucht : Vergelijking

S.E.

- Monstername op actieve kool
- Solvent (CS₂): toxisch, geurhinder
- Verdunning, dus :
 - grote monstervolume nodig
 - hoge bemonsteringsdebieten
- doorbraak mogelijk
- Meerdere analyses per monster

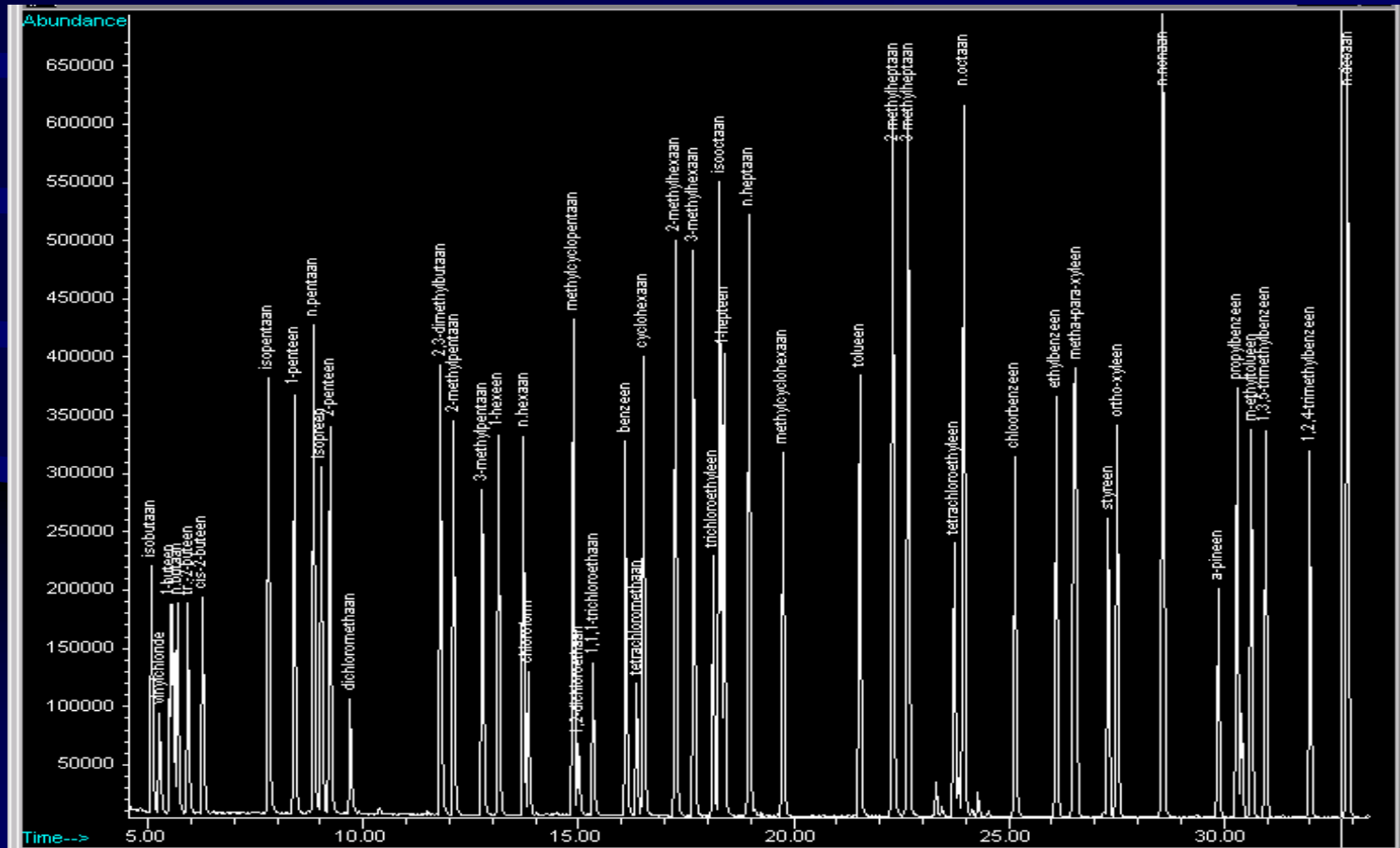
T.D.

- Monstername op Carbotrap (3-bed adsorptiebuisje)
 - Carbopack C en B
 - Carbosieve S-III
- Geen solvent nodig
- Geen verdunning, dus
 - kleine monstervolumes volstaan
 - lage bemonsteringsdebieten
- geen doorbraak
- Meerdere analyses per monster mogelijk door monsterrecollectie



GC-MS chromatogram van VOC-analyse met T.D.

- GC : -20°C → +140°C @ 4°C/min
- Kolom : 100m CP-Sil 5, 0,5 mm ID, 0,5 µm filmdikte.
- MS : full scan
- Concentratie : 10 ng/component (ca. 1 µg/m³ in luchtmonster van 10 liter)





PAK in omgevingslucht : Vergelijking

Grootvolume/S.E.

- $\pm 1000 \text{ m}^3$
- Monstername
 - glasvezelfilter (voor stoffractie)
 - polyurethaanfilter (voor gasfractie)
- Hoge lichtsnelheid : blow-off effect
- Mogelijke doorbraak (snelheid, temperatuur)
- Mogelijk wegreageren van monster door reactie met O_3 , NO_x
- Aanbevolen monsternametijd: 24 uur
- Solvent extractie : variabel rendement door
 - verschillende solventen
 - verschillende extractietechnieken
- Solvent verdamping : mogelijk verlies vluchtige componenten (bvb. Naftaleen)
- GF-filters niet herbruikbaar; PUF beperkt herbruikbaar

T.D.

- 50 - 500 liter
- Op PDMS/Tenax voor stof- + gasfractie
- Lage lichtsnelheid
- Geen doorbraak door Tenax backup
- Geen reacties van monster door oplossen in PDMS fase
- monsternametijd: half uur tot een week
- Geen solvent: constant rendement door:
 - Constante temperatuur
 - Constante tijd
- Buisjes nagenoeg onbeperkt herbruikbaar



Vergelijking Grootvolume vs. 'Personal sampling' pomp met buisje

S.E. : Groot toestel, vaste opstelling,
stroomtoevoer,

Duur in aankoop

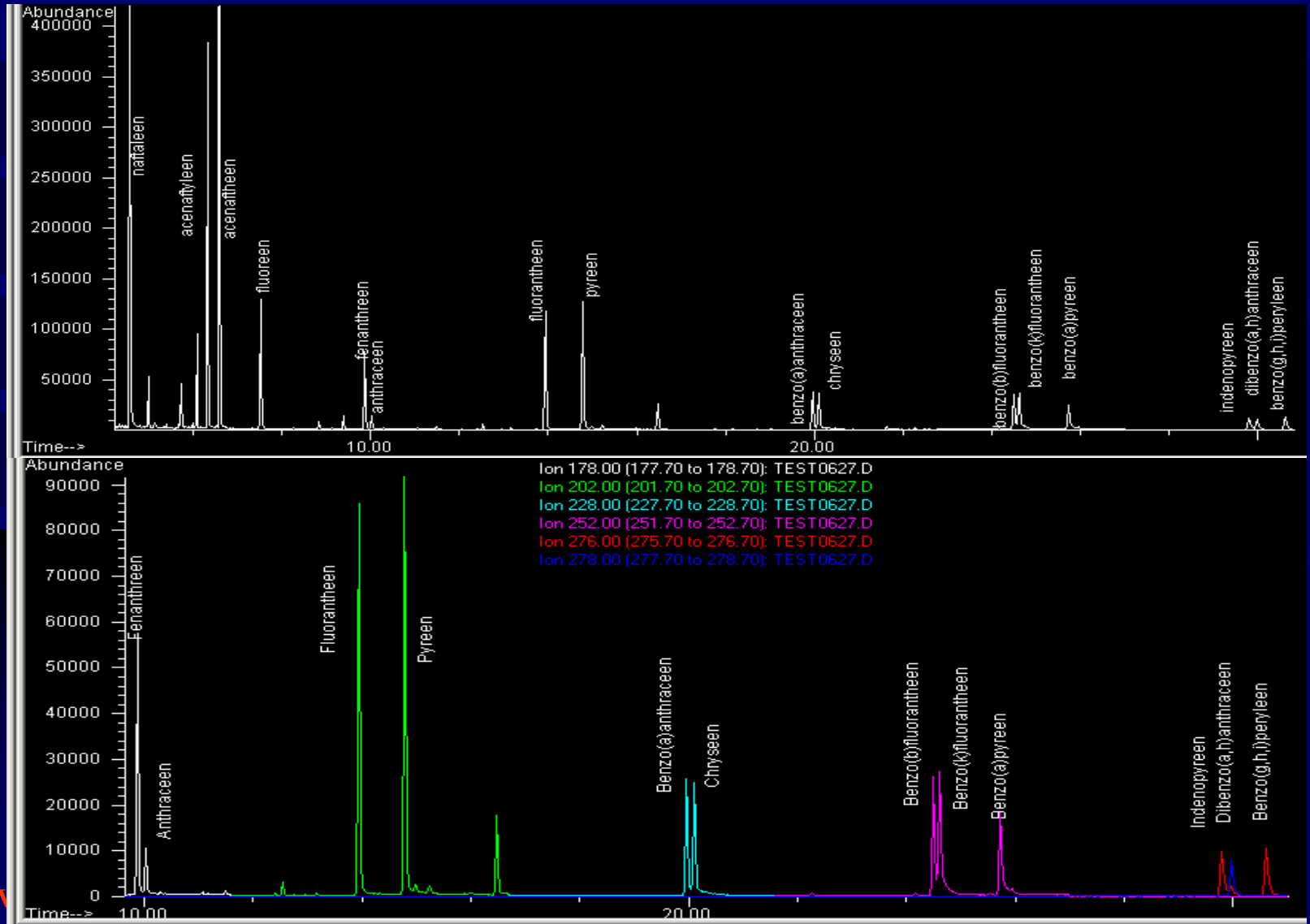
T.D. : Draagbaar sampler, op
batterijen, mobiel
Goedkoop





GC-MS chromatogram van PAK-analyse met T.D.

Standaardmengsel 16 PAK van EPA-lijst



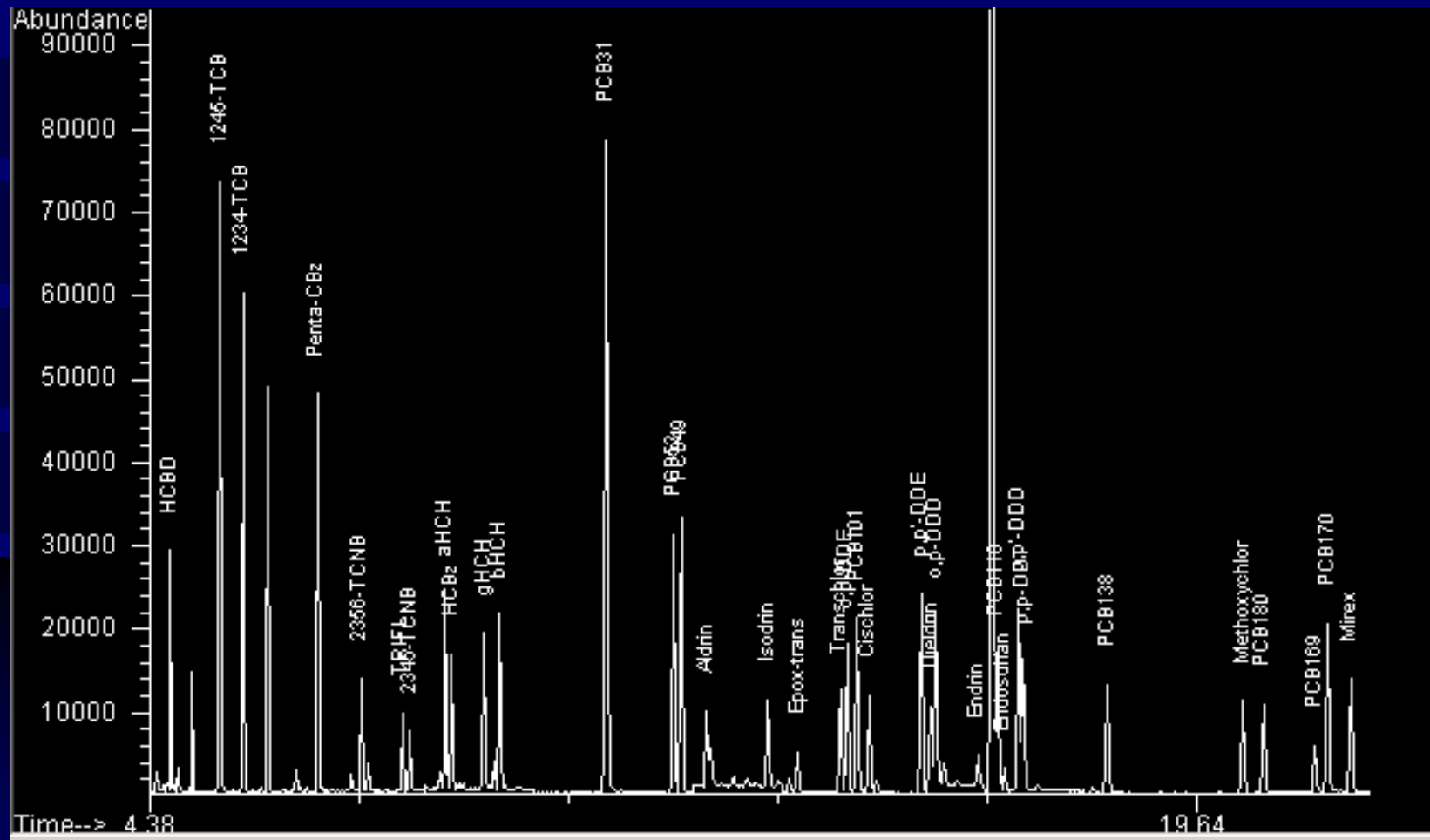


Analytische condities voor TD van PAK

- Markes Thermal Desorber
 - Buis desorptie
 - Temperatuur: 300°C
 - Tijd: 12 min
 - Trap desorptie
 - Temp.1 : 0°C
 - Temp. 2 : 330°C
 - Tijd : 8 min
 - Transfertlijn : 200°C
- Agilent GC-MS 6890/5973 "INERT"
 - Kolom : HP-5MS, 30m, 0,25 mm ID, 0,25 µm filmdikte
 - Helium : debiet : 1,2 ml/min
 - Temperatuurprogrammatie :
 - 70°C (1 min), 30°C/min tot 170°C
 - 5°C/min tot 315°C, vast voor 5 min.
 - MS in SIM-mode
 - Qualifier ionen: 3 ionen per component
 - Quantifier ion: moleculair ion
 - EM = 1710 V - EI

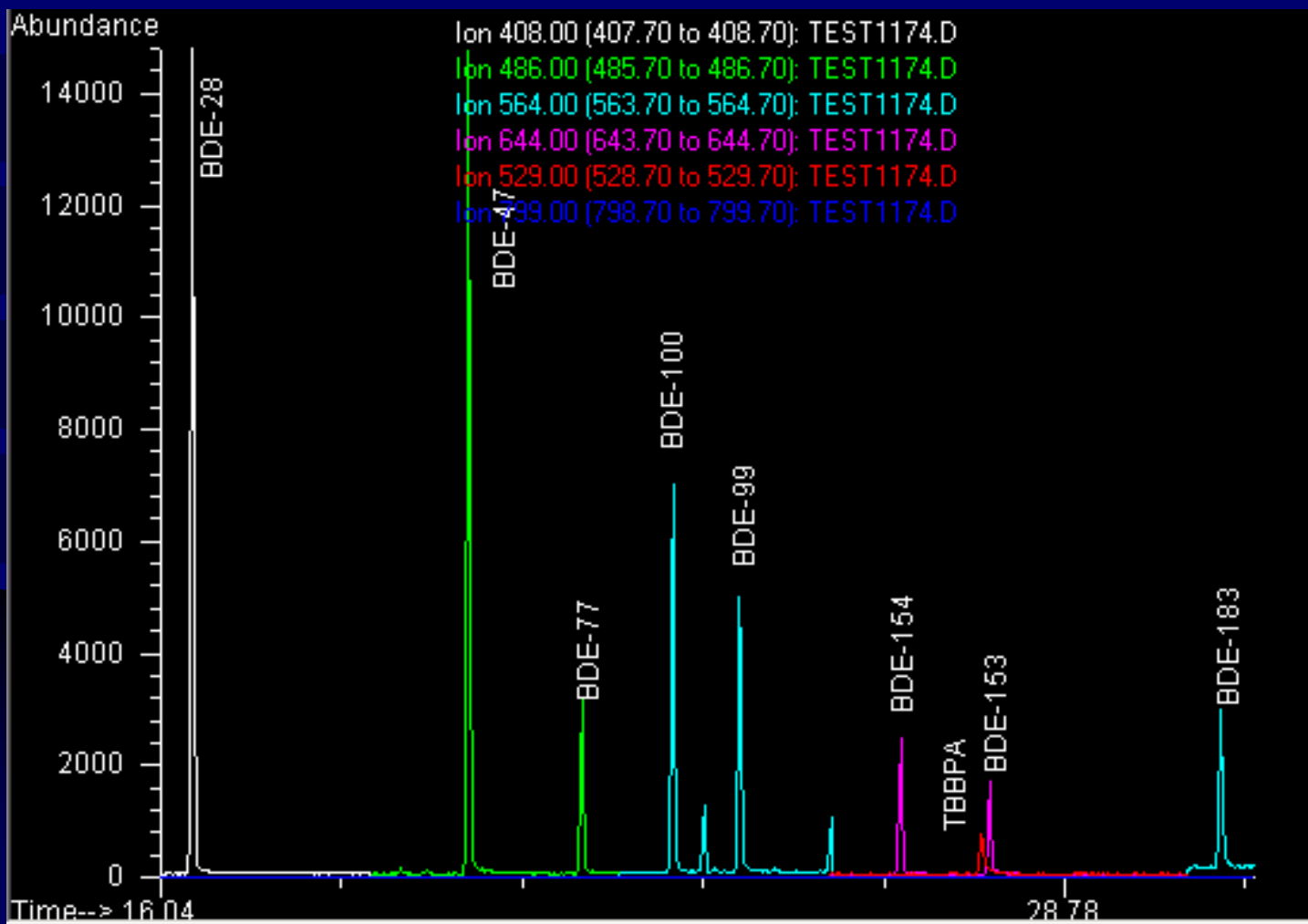


Voorbeeld : Chromatogram van organochloorpesticiden en PCB's in lucht





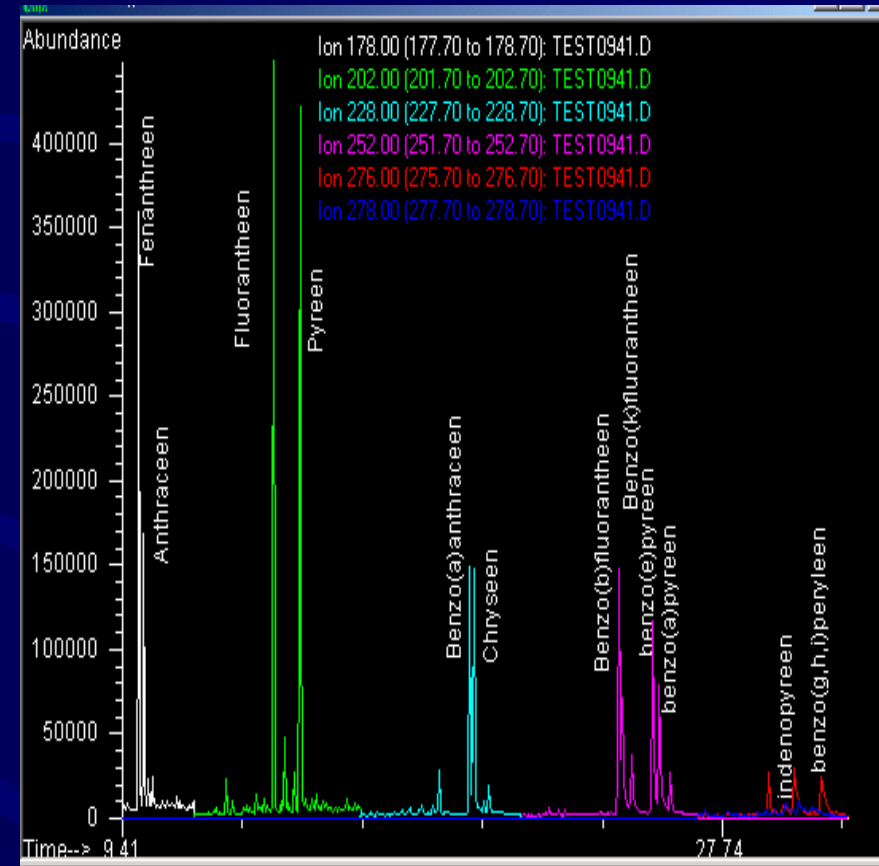
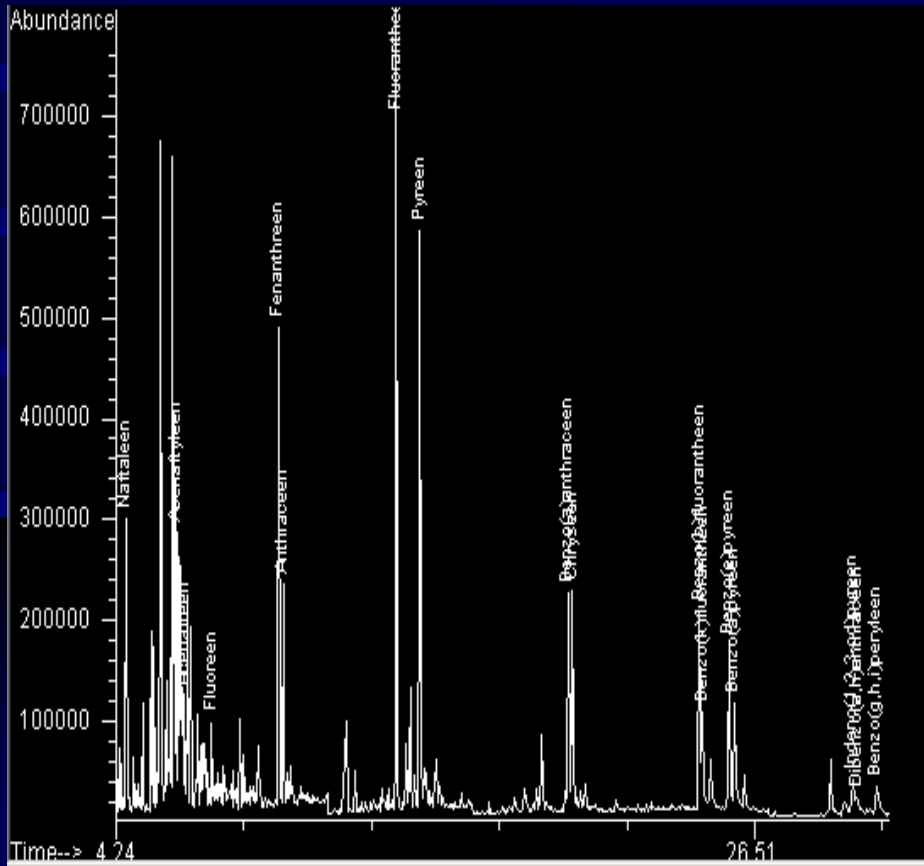
Voorbeeld : Chromatogram van Gebromeerde Vlamvertragers (BFR's) in lucht





Voorbeeld : Analyse PAK in waterbodem

1 mg gevriesdroogde waterbodemmonster in T.D.-buisje tussen 2 glaswol plugs





Besluit

- Door de vereenvoudigde bemonsteringsmethode maakt de T.D. methode applicaties mogelijk die moeilijk uitvoerbaar waren met de klassieke methode:
 - Geurhinder in de omgeving van asfaltbedrijven, teerraffinaderijen, opslag behandeld hout: monsternamen overal te velde van vluchtige PAK (vooral naftaleen, bifenyl en de methylderivaten)
 - Meten van persoonlijke blootstelling aan PAK, zowel in bedrijven (8 uur blootstelling) als privé (24 uur blootstelling)
 - Indoormetingen en relatie outdoor/indoor concentraties