



VOC in acque sotterranee secondo D.Lgs 152/06

Davide Facciabene

Product Specialist GC & GC-MS

DLgs 152/06

Obiettivo: Tutela dell'ambiente naturale

Parte I: la definizione dell'ambito di applicazione della disciplina e le finalità

Parte II: le procedure per la Valutazione di Impatto Ambientale –VIA-, della Valutazione Ambientale Strategica – VAS – e dell'IPPC, Integrated Pollution Prevention and Control

Parte III: la difesa del suolo e la lotta alla desertificazione, la tutela delle acque dall'inquinamento e la gestione delle risorse idriche

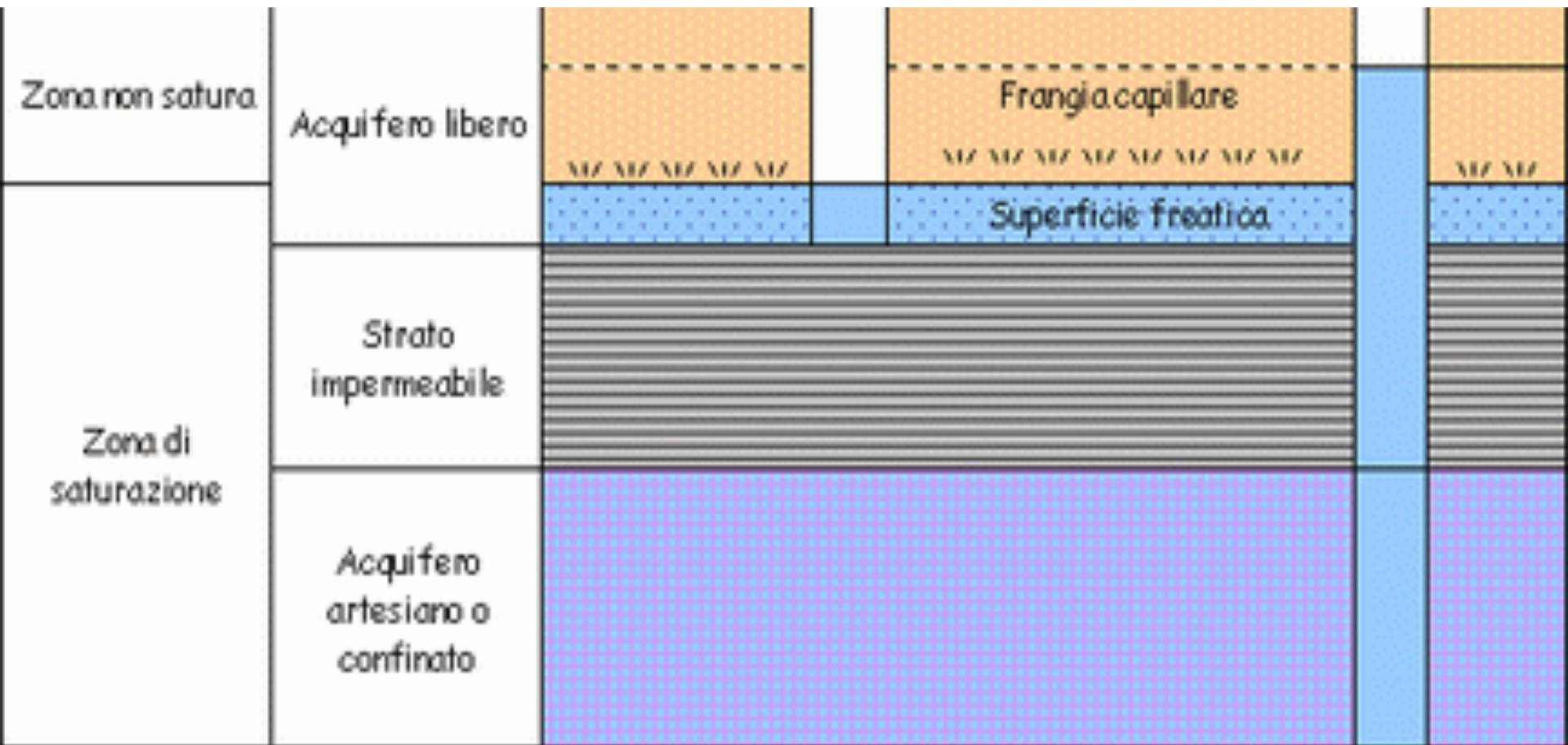
Parte IV: la gestione dei rifiuti e la bonifica dei siti contaminati

Parte V: la tutela dell'aria e la riduzione delle emissioni in atmosfera

Parte VI: la tutela risarcitoria contro i danni all'ambiente

Acque Sotterranee

Acque appartenenti alla zona di saturazione del suolo, suddivise in acque libere (falda freatica) ed in pressione (falda artesianiana)



Acque Sotterranee

Zona non satura: zona dove l'acqua non occupa tutti gli spazi presenti fra i granelli del terreno, zona aerata non in pressione (acque superficiali)

Zona satura: l'acqua occupa tutti gli spazi tra i granelli che compongono il suolo (acquee sotterranee)

Nella zona di saturazione si distinguono acquiferi liberi di muoversi, quindi confinati solo inferiormente (falde freatiche) ed acquiferi in pressione, confinati sia superiormente che inferiormente da strati di roccia impermeabili (falde artesiane)

VOC (sov / cov) – Composti Organici Volatili

28 composti suddivisi in aromatici ed alifatici , alogenati e non, alcuni con proprietà cancerogene, classificati in 5 gruppi secondo il decreto

ALIFATICI CLORURATI CANCEROGENI *ppb (ug / L)*

39	Clorometano	1.5
40	Triclorometano	0.15
41	Cloruro di Vinile	0.5
42	1,2-Dicloroetano	3
43	1,1 Dicloroetilene	0.05
44	Tricloroetilene	1.5
45	Tetracloroetilene	1.1
46	Esaclorobutadiene	0.15
47	Sommatoria organoalogenati	10

VOC (sov / cov) – Composti Organici Volatili

ALIFATICI CLORURATI NON CANCEROGENI

1 ppt

48	1,1 - Dicloroetano	810
49	1,2-Dicloroetilene	60
50	1,2-Dicloropropano	0.15
51	1,1,2 - Tricloroetano	0.2
52	1,2,3 - Tricloropropano	0.001
53	1,1,2,2, - Tetracloroetano	0.05

ALIFATICI ALOGENATI CANCEROGENI

54	Tribromometano	0.3
55	1,2-Dibromoetano	0.001
56	Dibromoclorometano	0.13
57	Bromodiclorometano	0.17

VOC (sov / cov) – Composti Organici Volatili

COMPOSTI ORGANICI AROMATICI

24	Benzene	1
25	Etilbenzene	50
26	Stirene	25
27	Toluene	15
28	para-Xilene	10

CLOROBENZENI

62	Monoclorobenzene	40
63	1,2 Diclorobenzene	270
64	1,4 Diclorobenzene	0.5
65	1,2,4 Triclorobenzene	190
66	1,2,4,5 Tetraclorobenzene	1.8
67	Pentaclorobenzene	5
68	Esaclorobenzene	0.01

**NO
VOC**

Analiti

Component	RT
DICLORODIFLUOROMETANO	1.11
CLOROMETANO	1.26
CLORURO_DI_VINILE	1.33
BROMOMETANO	1.6
CLOROETANO	1.67
TRICLOROFLUOROMETANO	1.86
1,1-DICLOROETENE	2.33
DICLOROMETANO	2.88
MTBE	3.14
1,2-DICLOROETENE-TRANS	3.17
1,1-DICLOROETANO	3.76
2,2-DICLOROPROPANO	4.52
1,2-DICLOROETANO-CIS	4.6
BROMOCLOROMETANO	4.92
CLOROFORMIO	4.97
1,1,1-TRICLOROETANO	5.15
TETRACLORURO_DI_CARBONIO	5.32
1,1-DICLOROPROPENE	5.35
BENZENE	5.55
1,2-DICLOROETANO	5.66

Component	RT
TRICLOROETILENE	6.27
1,2-DICLOROPROPANO	6.5
DIBROMOMETANO	6.62
BROMODICLOROMETANO	6.75
1,3-DICLOROPROPENE-CIS	7.17
TOLUENE	7.42
1,3-DICLOROPROPENE-TRANS	7.66
1,1,2TRICLOROETANO	7.79
TETRACLOROETILENE	7.85
1,3-DICLOROPROPANO	7.91
DIBROMOCLOROMETANO	8.06
1,2-DIBROMOETANO	8.15
CLOROBENZENE	8.43
ETILBENZENE	8.47
1,1,1,2-TETRACLOROETANO	8.48
M+P-XILENE	8.53
O-XILENE	8.77
STIRENE	8.78
BROMOFORMIO	8.92
ISOPROPILBENZENE	8.95

Component	RT
BROMOBENZENE	9.15
1,1,2,2-TETRACLOROETANO	9.16
N-PROPILBENZENE	9.17
1,2,3-TRICLOROPROPANO	9.18
2-CLOROTOLUENE	9.2
1,3,5-TRIMETILBENZENE	9.25
4-CLOROTOLUENE	9.29
TERT-BUTILBENZENE	9.41
1,2,4-TRIMETILBENZENE	9.44
SEC-BUTILBENZENE	9.52
ISOPROPILTOLUENE	9.57
1,3-DICLOROBENZENE	9.62
1,4-DICLOROBENZENE	9.65
N-BUTYLBENZENE	9.76
1,2-DICLOROBENZENE	9.83
1,2-DIBROMO-3-CLOROPROPANO	10.19
1,2,4-TRICLOROBENZENE	10.6
ESACLOROBUTADIENE	10.64
NAFTALENE	10.74
1,2,3-TRICLOROBENZENE	10.88

Analiti

Component	RT	Component	RT	Component	RT
DICLORODIFLUOROMETANO				BENZENE	9.15
DICLOROMETANO				DICLOROETANO	9.16
CLORURO_DI_VINILE				BENZENE	9.17
BROMOMETANO				ISOPROPANO	9.18
CLOROETANO				BENZENE	9.2
TRICLOROFLUOROMETANO				DIBENZENE	9.25
1,1-DICLOROETENE				BENZENE	9.29
DICLOROMETANO				BENZENE	9.41
MTBE				DIBENZENE	9.44
1,2-DICLOROETENE-TR				BENZENE	9.52
1,1-DICLOROETANO				TOLUENE	9.57
2,2-DICLOROPROPANO				BENZENE	9.62
1,2-DICLOROETANO-CL				BENZENE	9.65
BROMOCLOROMETANO				BENZENE	9.76
CLOROFORMIO				BENZENE	9.83
1,1,1-TRICLOROETANO				1,3-DICLOROPROPANO	10.19
TETRACLORURO_DI_C				DIBENZENE	10.6
1,1-DICLOROPROPENE				BUTADIENE	10.64
BENZENE				BENZENE	10.74
1,2-DICLOROETANO				1,2,3-TRICLOROETANO	10.88

61 composti

ISTD / SURROGATI

Clorobenzene-D5

Fluorobenzene

1,4-Diclorobenzene-D4

1,4-Difluorobenzene

Toluene-D8

Pentafluorobenzene

Metodo Analitico – EPA 5030 + 8260

Purge & Trap

Trattamento automatico
del campione

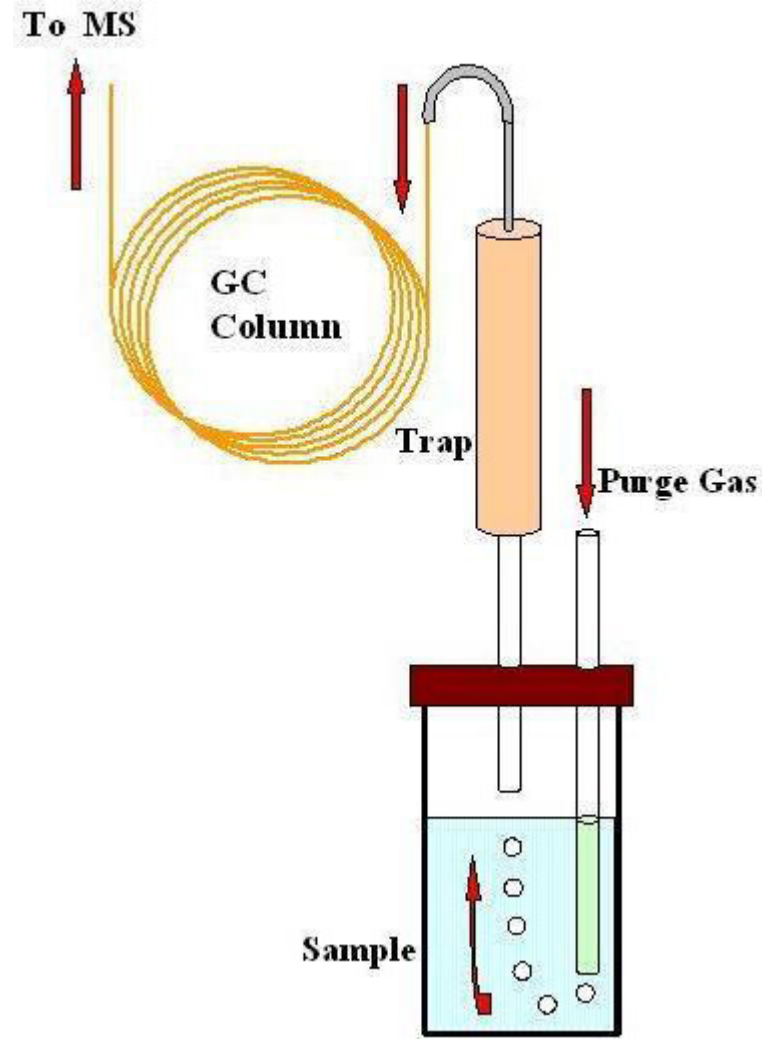
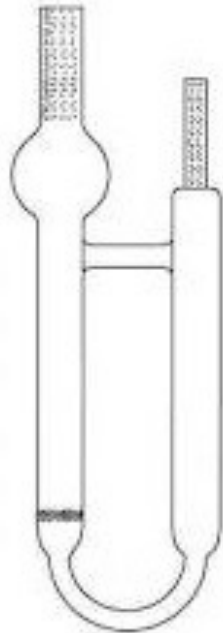


Analisi strumentale con
GC-MS a singolo quadrupolo



P&T - Tecnica

- 1) Da 5 a 20 ml campione in "Sparger"
- 2) **Estrazione** sotto flusso di gas He o N₂
- 3) **Intrappolamento** in trappola fredda a base carboniosa
- 4) **Desorbimento** termico sotto flusso di gas He o N₂ ed iniezione in GC-MS



P&T - AtomX Teledyne Tekmar

Specifiche:

Preparazione automatica curva di calibrazione

Aggiunta automatica STD/ISTD/SUR da 3 vial indipendenti

Bianco automatico da contenitore separato

Fino ad 80 vial su supporto rotante

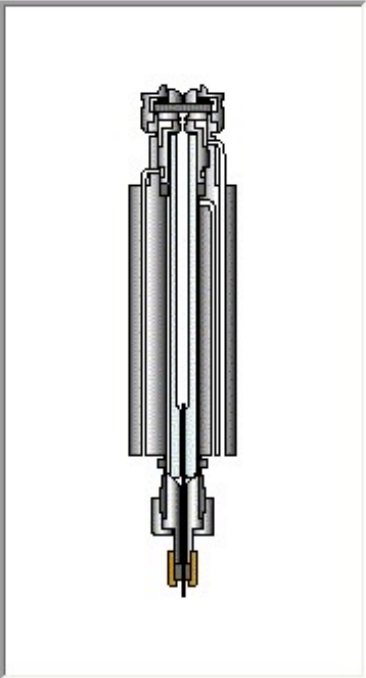
Supporto metodo EPA 5035 (campioni solidi)

Diluizione automatica di campioni solidi

Gestione completa via software



GC-MS – Iniettore



Mode: Split

Inlet

- Temperature (°C): 230
- Split Flow (ml/min): 40
- Split Ratio: 40
- Splitless Time (min): 1.00

Purge

- Constant Septum Purge
- Stop Purge Time (min): 0.00

Surge

- Surge Pressure (kPa): 3
- Surge Duration (min): 0.00

Iniettore:

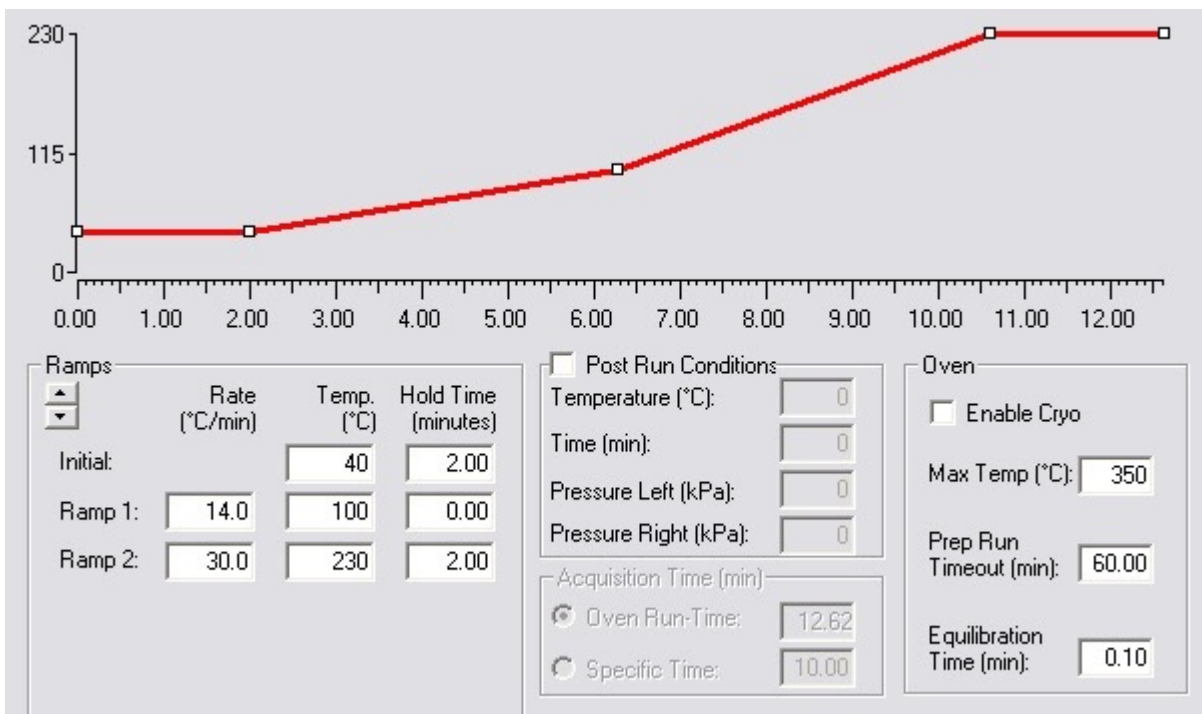
SSL mode SPLIT – ratio 40:1

Temp. 230°C

Flusso:

Costante in He a 1 ml/min

GC-MS – Forno e Colonna



FAST GC !!!

Durata < 13'

RT ultimo composto < 11'

Colonna:

Colonna : 20 m x 0,18 mm x 1 um – cianopropilica (TR-V1, DB-624, HP-VOC)

GC-MS – MS a Singolo Quadrupolo

Sorgente EI+ 70 eV 250°C

Full Scan 35 – 260 uma

Scan time 0,2 sec (> 5 pts / sec)

“ Peak with circa 5 sec (> 25 pts per picco) “

2 segmenti SIM per i p.a. da 1 ppt secondo Dlgs

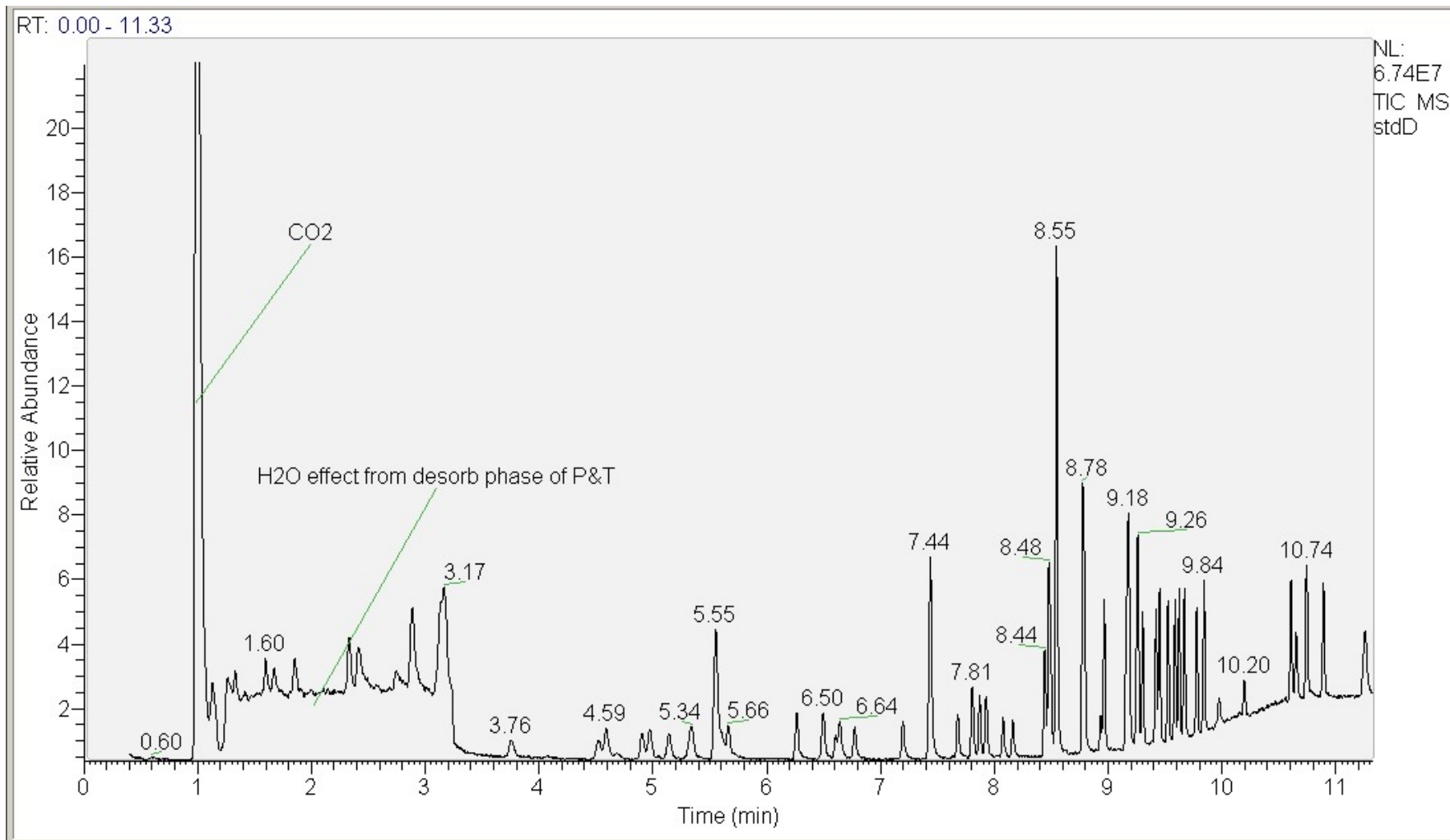
SIM 1: 1,2-dibromoetano – 107 + 109 (90%) - RT 8.15 min

SIM 2: 1,2,3,-tricloropropano - 75 – 110 (70%) – RT 9.18 min

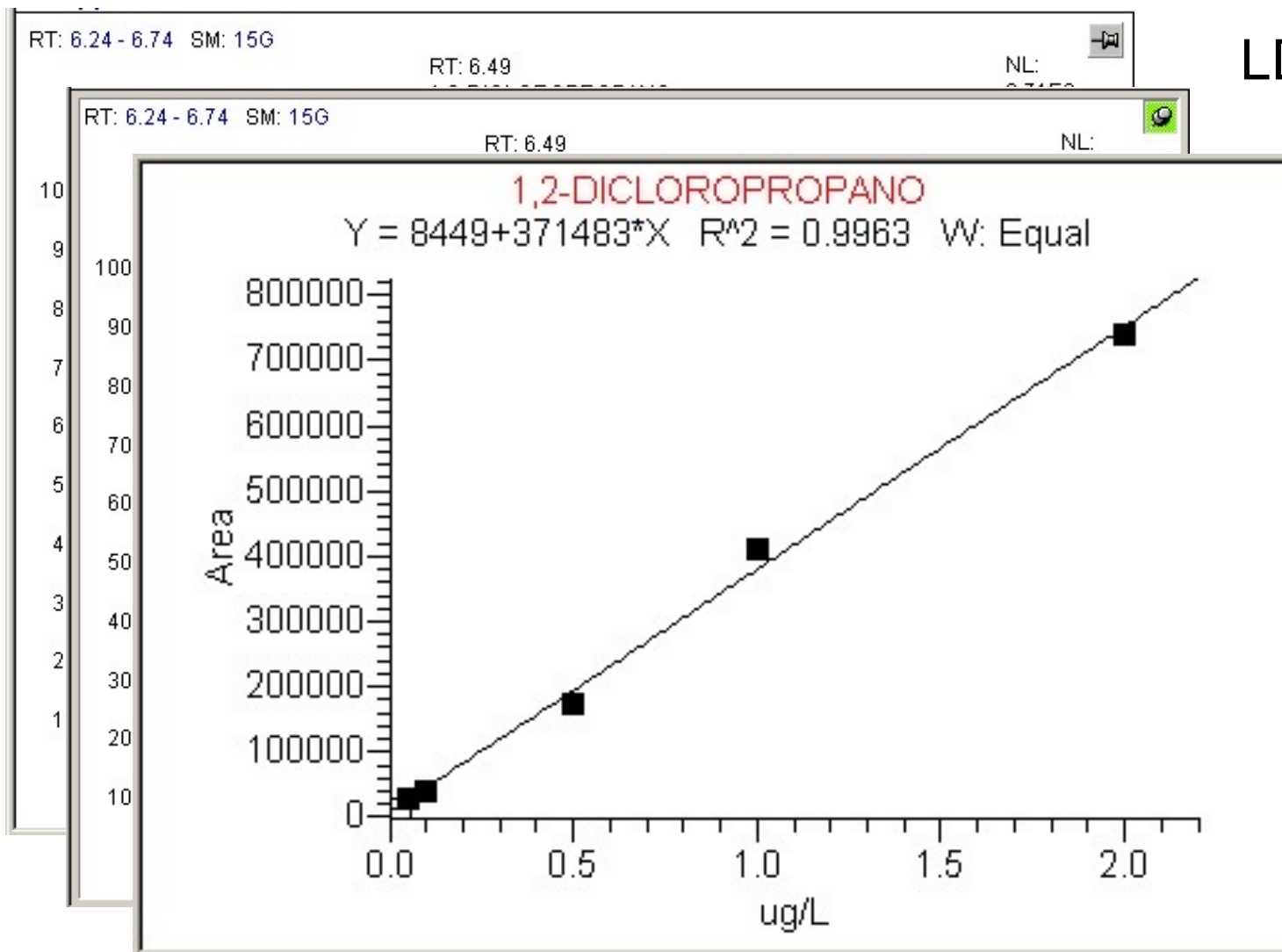
Scan time 0,020 sec



FULL SCAN [35-260 uma] – 1 ppb



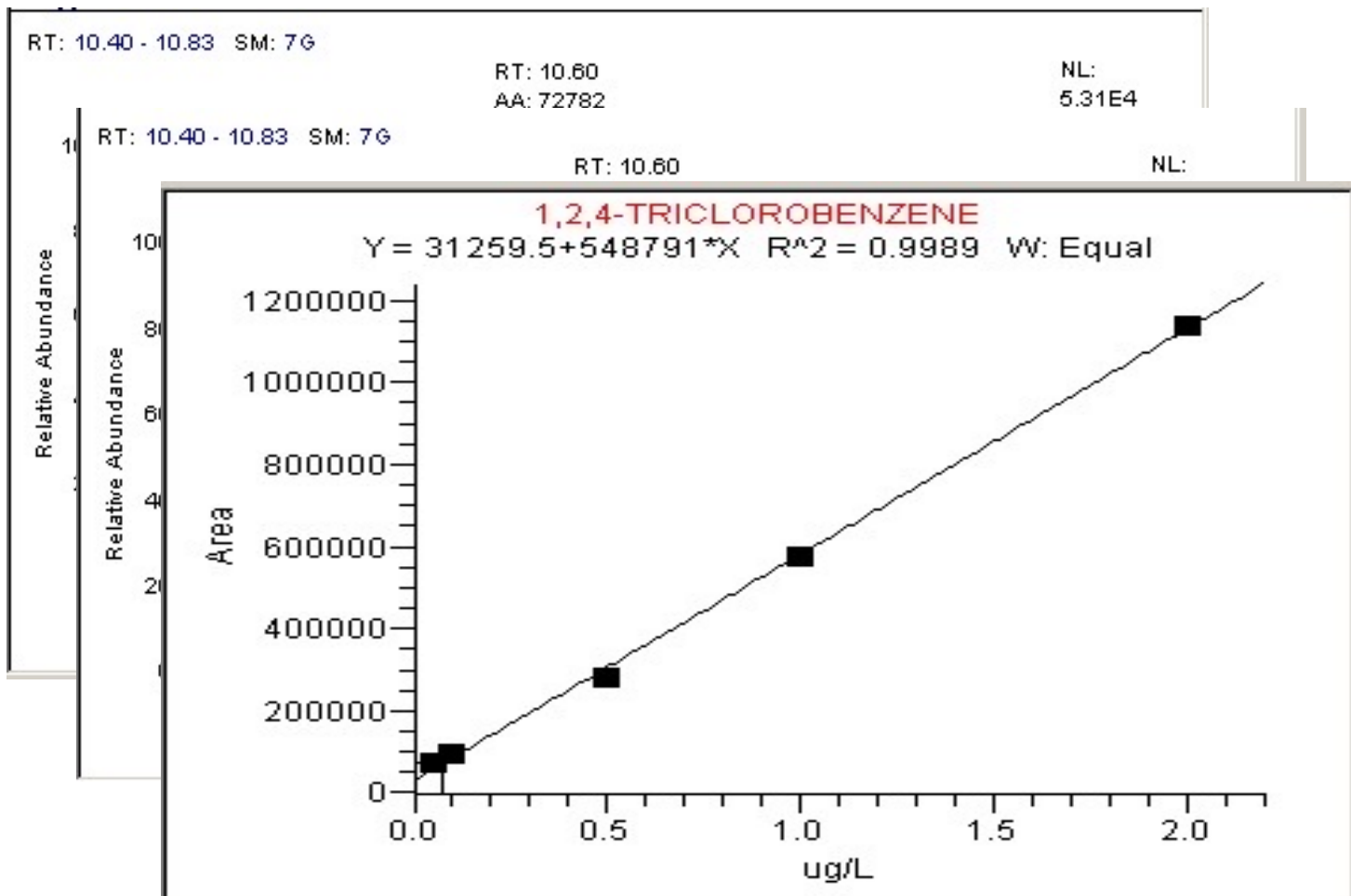
1,2-DICLOROPROPANO – 0,05 ppb in FULL SCAN



LDL 0,15 ppb

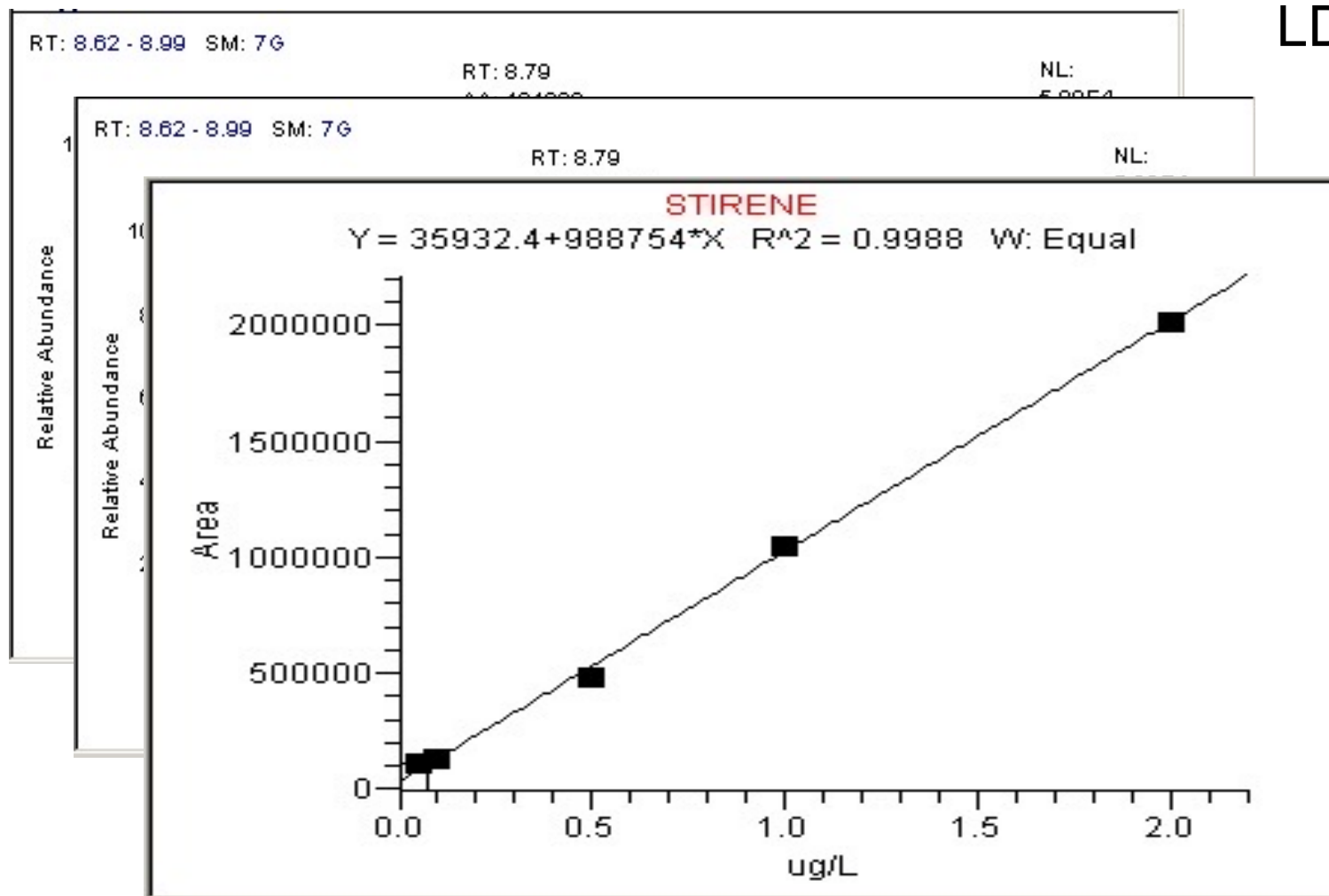
1,2,4-TRICHLOROBEZENE – 0,05 ppb in FULL SCAN

LDL 190 ppb

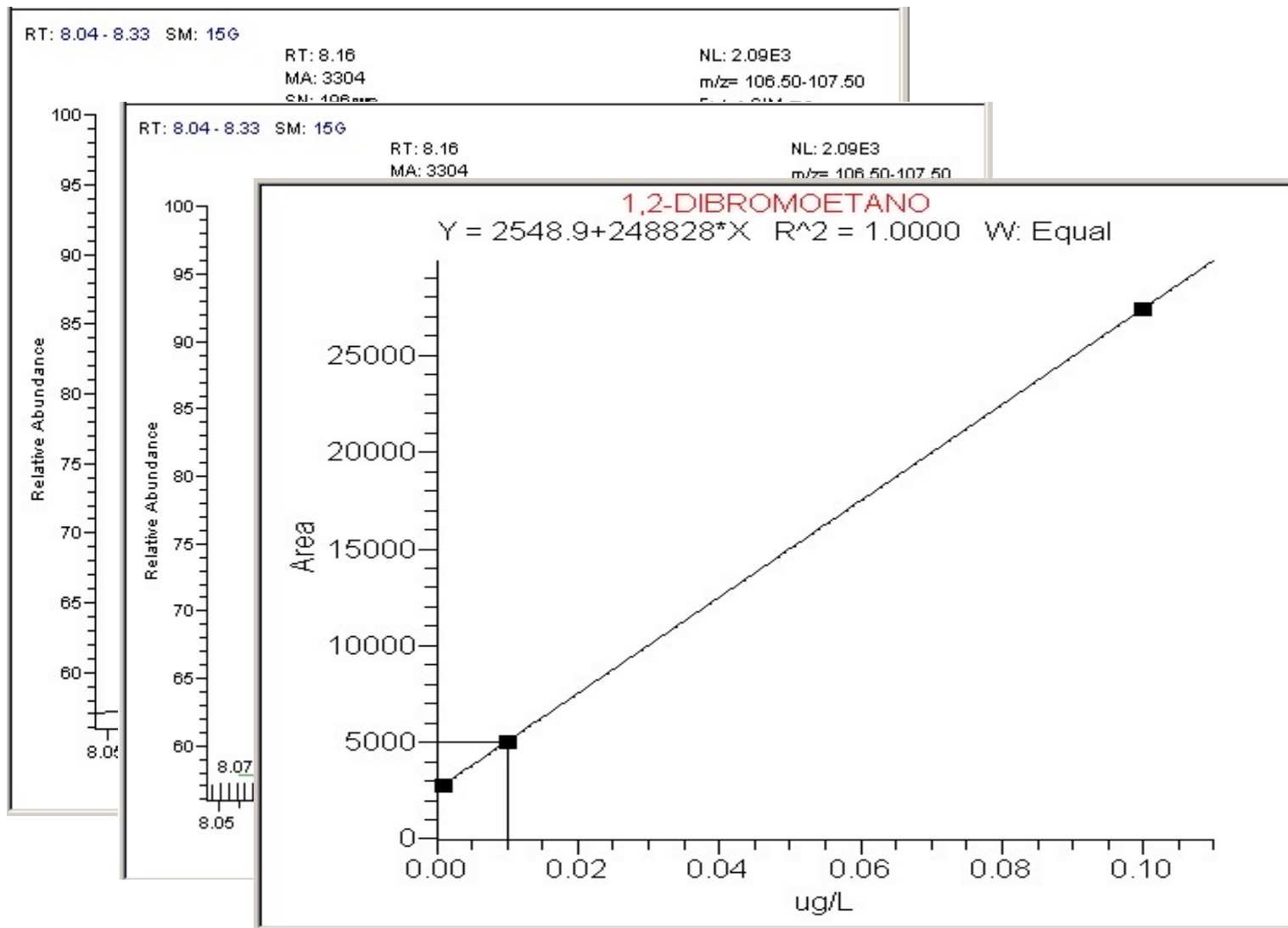


STIRENE – 0,05 ppb in FULL SCAN

LDL 25 ppb



1,2-DIBROMOETANO – 0,001 ppb in SIM



1,2,3-TRICHLOROPROPANO – 0,001 ppb in SIM

RT: 9.01 - 9.36 SM: 96

RT: 9.18

NL: 7.01E3

MA: 6526

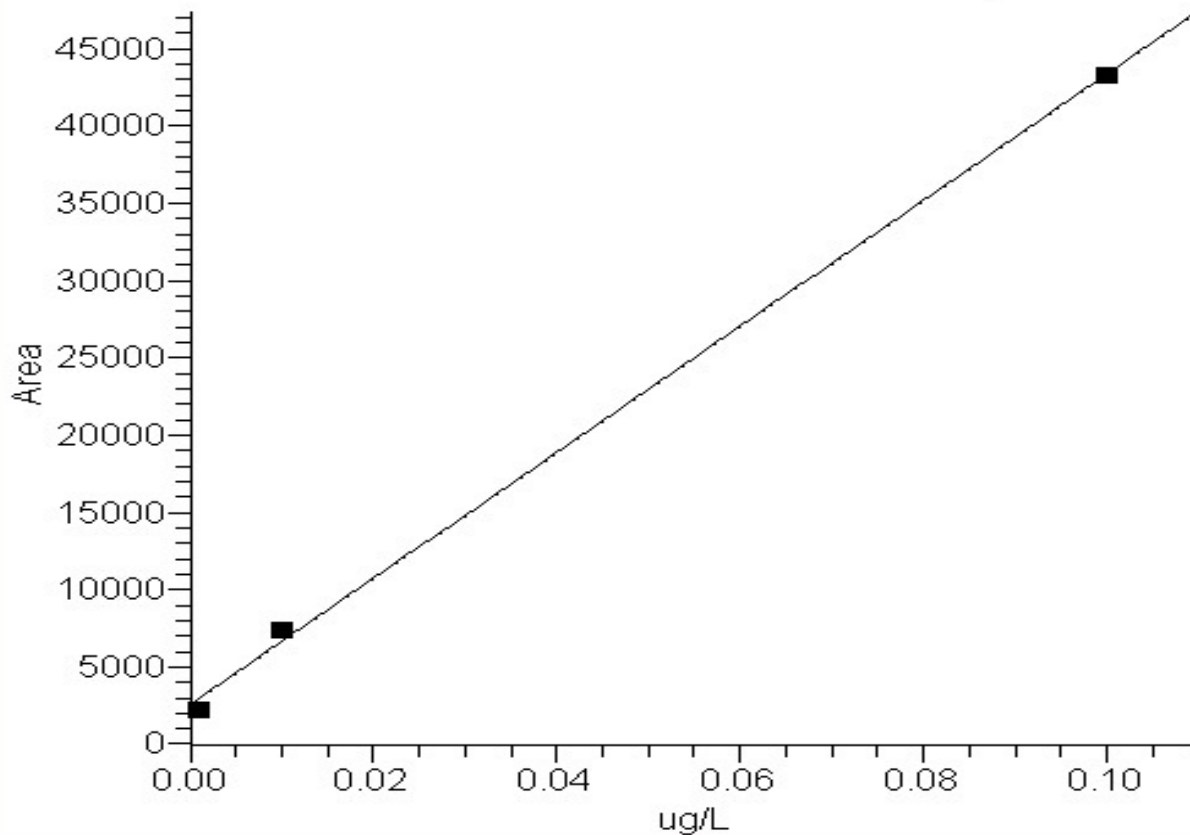
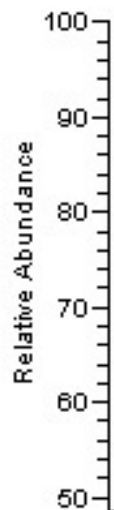
m/z= 74.50-75.50 F

RT: 9.01 - 9.36

1,2,3-TRICHLOROPROPANO

Y = 2558.24 + 407885 * X R² = 0.9989 W: Equal

Relative Abundance



ISQ - La nuova generazione di GCMS a singolo quadrupolo



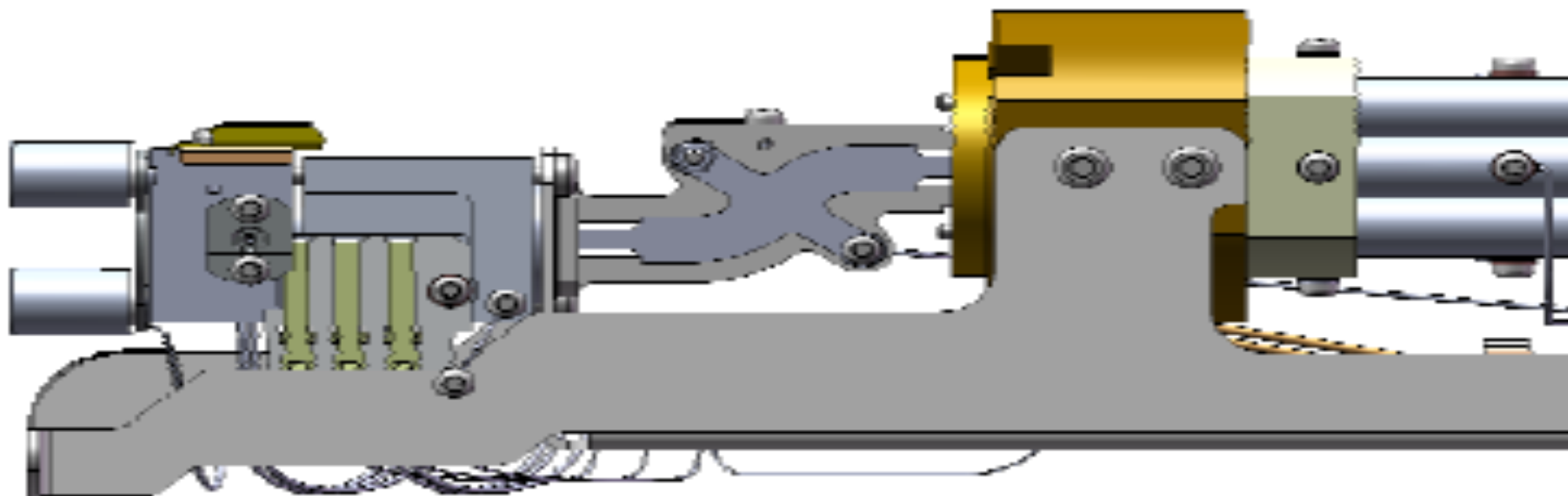
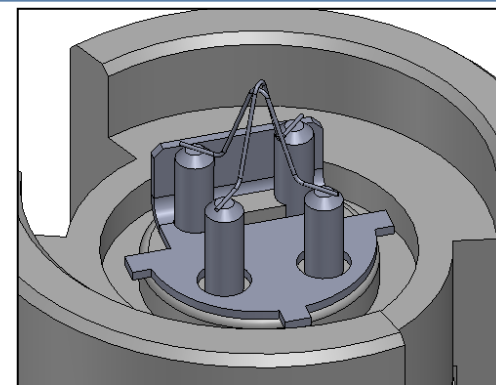
ISQ - Specifiche Tecniche

- SIM, Full Scan, modalità combinata
- 13000 uma/s
- 240 scan/sec in SIM (dwell time < 5 ms)
- 1.2 - 1100 uma
- Sorgente EI +/- e opt CI +/- max T 350°C
- S/N 600:1 EI 1 pg/uL di OFN (272 FS 50 – 300)
- Pompa Turbomolecolare da 60 e 300 L/s
- Sorgente EI/CI combinata
- Pre-filtro quadrupolare S-Shape termostato
- Accesso alla sorgente senza venting
- Doppio filamento
- Repeller

Produttività

- **Doppio Filamento**

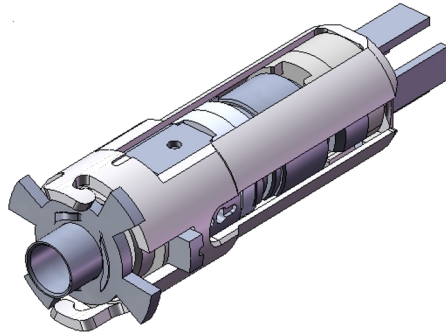
- Doppio filamento protetto dalla stessa *electron lens*
- Entrambi i filamenti operano nella stessa orientazione magnetica
- Passaggio da un filamento all'altro da software



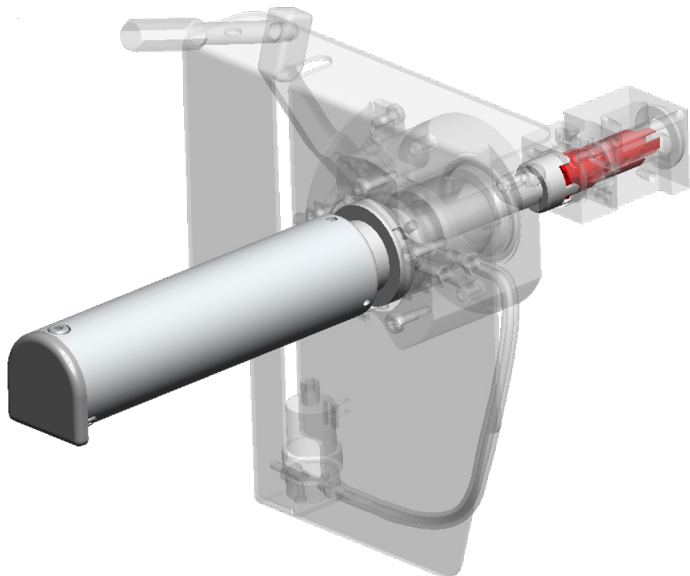
Facilità d'uso – Cambio sorgente No Vent

Robustezza analitica

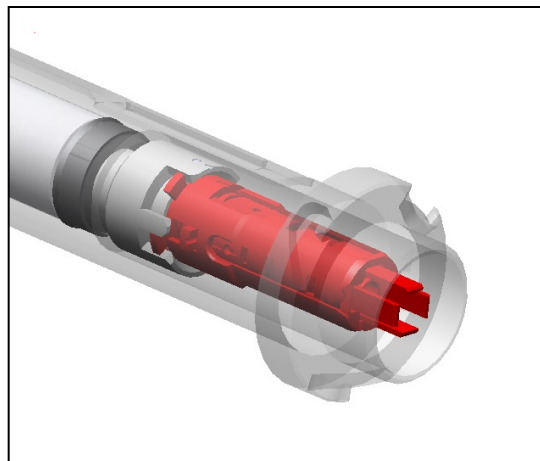
Rimozione della sorgente senza togliere il vuoto



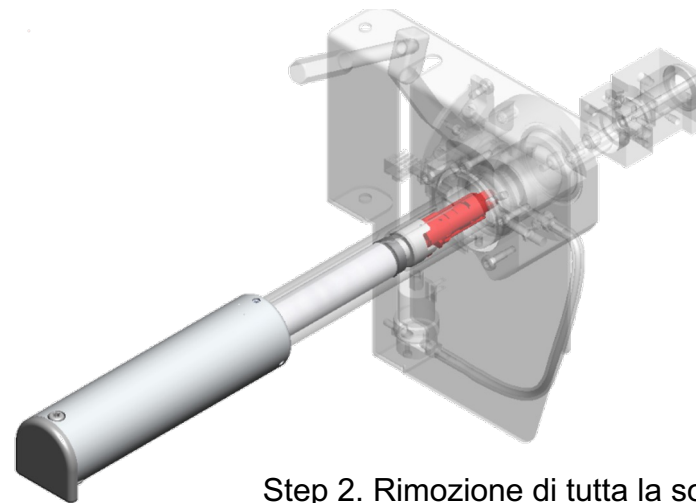
Facilità d'uso – Cambio sorgente No Vent



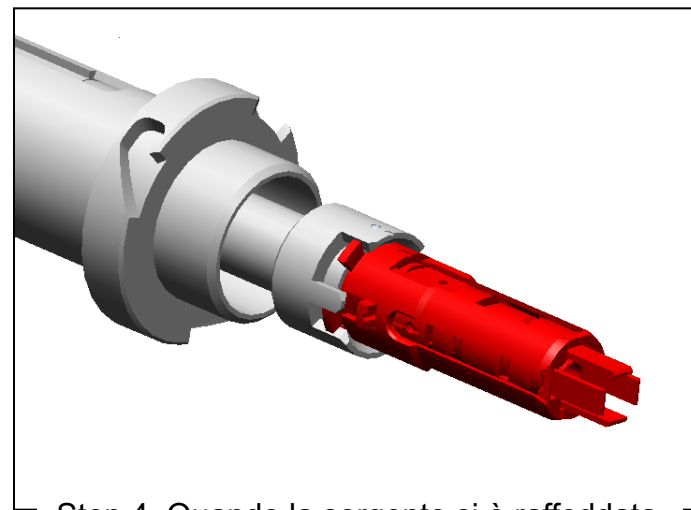
Step 1. Inserimento della sonda



Step 3. La sorgente "calda" rimane protetta all'interno della sonda



Step 2. Rimozione di tutta la sorgente



Step 4. Quando la sorgente si è raffreddata può essere estratta dalla sonda

TRACE 1310 - Specifiche



- Controlli touch screen
- Doppia Colonna
- Doppio Iniettore (PTV / SSL / OC / LVI)
- Doppio Detector (ECD / NPD / FID / FPD)
- Configurazione Gemini per doppia iniezione
- Temperatura max 450°C
- Sistema criogenico opt -100°C (N2) / -50°C (CO2)
- Numero rampe/plato 33/32
- Velocità riscaldamento 125°C/min
- Velocità raffreddamento 450 > 50 minore di 4 min (22°C)
- Risoluzione temperatura 0,1 °C
- Supporto spettrometro di massa

TRACE 1310 – Instant Connect

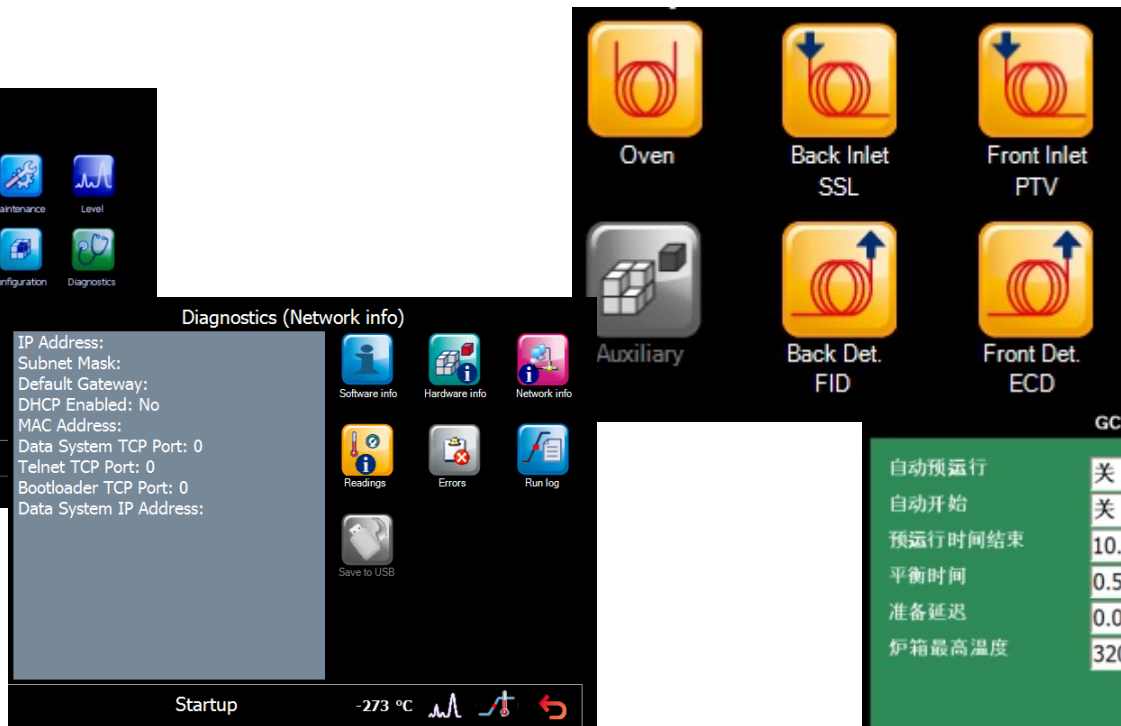
■ Modularità “Instant Connect”:

- Rapida installazione dei moduli injector / detector
- Eliminati i tempi morti
- Moduli intercambiabili dall'utente
- Non sono richiesti interventi del “Service”, training o attrezzi particolari
- Scambio dei moduli operazione di routine



TRACE 1310 : semplici operazioni, rapido start-up

- Interfaccia semplice
 - Multi lingua



SOFTWARE : TraceFinder

The screenshot displays the Thermo TraceFinder software interface. The main window is titled "Data Review - Demo TR 20162012*" and shows a table of analysis results. The table includes columns for Status, Flags, Filename, Sample type, Level, Sample ID, Sample name, Comment, Vial position, Injection volume, Expected RT, and Actual RT. Row 6 is highlighted, showing a peak for "Fluorobiphenyl" at RT 7.22. Below the table, the "Quan Peak: 1" section shows a chromatogram of the peak with the following data: RT: 7.22, AA: 61673280.95, AH: 56146236.33, SN: 100280.48. The apex RT is 7.22 and the area is 61673281. To the right, the "Calibration curve" section shows a linear plot of Area Ratio versus ng/ml for Fluorobiphenyl. The regression equation is $Y = 3.412e-2X - 1.906e-2$ with $R^2 = 0.9998$. The plot shows four data points at approximately (5, 0.15), (10, 0.3), (20, 0.6), and (50, 1.7).

Sample ID	Sample name	Level	Injection volume	Expected RT	Actual RT
level 1 = 5 ng/uL		5	1.000	7.22	
level 2 = 10 ng/uL		10	1.000	7.22	
level 3 = 20 ng/uL		20	1.000	7.22	
level 4 = 50 ng/uL		50	1.000	7.22	
level 5 = 100 ng/...		100	1.000	7.22	
QC50		qc50	1.000	7.22	7.22
bLK 1			1.000	7.22	
unknown sample 1			1.000	7.22	
unknown sample 2			1.000	7.22	
unknown sample 3			1.000	7.22	
unknown sample 4			1.000	7.22	

Fluorobiphenyl RT: 7.22 | 2162012_a006

RT: 7.22
AA: 61673280.95
AH: 56146236.33
SN: 100280.48

Apex RT: 7.22
Area: 61673281

Calibration curve: $Y = 3.412e-2X - 1.906e-2$; $R^2 = 0.9998$; Origin: Ignore; W: Equal; Area

Quantitative in SIM

SOFTWARE : TraceFinder

Thermo TraceFinder

File Go Help

Analysis

Data Review - Demo TR 20162012*

Method: Demo Forge Instrument: Thermo Scientific Instrument

	Status	Flags	Filename	Sample type	Level	Sample ID	Sample name	Comment	Vial position	Injection volume	Expected RT	Actual RT	Ir
1	●		2162012_a001	Cal Std	5	level 1 = 5 ng/uL			1	1.000	7.22	7.21	M
2	●		2162012_a002	Cal Std	10	level 2 = 10 ng/uL			2	1.000	7.22	7.22	M
3	●		2162012_a003	Cal Std	20	level 3 = 20 ng/uL			3	1.000	7.22	7.22	M
4	●		2162012_a004	Cal Std	50	level 4 = 50 ng/uL			4	1.000	7.22	7.23	M
5	●		2162012_a005	Cal Std	100	level 5 = 100 ng/...			5	1.000	7.22	7.23	M
6	●		2162012_a006	QC Std	qc50	QC50			2	1.000	7.22	7.22	M
7	●	⚠	2162012_a007	Solvent		BLK 1			3	1.000	7.22	N/F	M
8	●		2162012_a008	Unknown		unknown sample 1			4	1.000	7.22	7.22	M
9	●		2162012_a009	Unknown		unknown sample 2			4	1.000	7.22	7.22	M
10	●		2162012_a010	Unknown		unknown sample 3			4	1.000	7.22	7.22	M
11	●		2162012_a011	Unknown		unknown sample 4			4	1.000	7.22	7.22	M

Compounds

- 1,4-Dichlorobenzene-D4
- Acenaphthene-d10
- Chrysene-D12
- Naphthalene-D8
- Perylene-D12
- Phenanthrene-D10
- 1,2,4,5-tetrachlorobenzene
- 1,2,4-trichlorobenzene
- 1,2-dichlorobenzene
- 1,3-dichlorobenzene
- 1,4-dichlorobenzene
- Chloronaphthalene
- Fluorobiphenyl**
- Hexachlorcyclopentadiene

Quan Mode

Quan Peak: 1

Fluorobiphenyl RT: 7.22 | 2162012_a006

RT: 7.22
AA: 61673280.95
AH: 56146236.33
SN: 100280.48

m/z: 172.02

Apex RT: 7.22
Area: 61673281

Calibration curve Spectra QED Spectra **Confirming Ions** Ion overlay

RT: 7.22 | 2162012_a006

RT: 7.22
AA: 22188120.83
AH: 20147281.29
SN: 30346.15

m/z: 170.01
18.34% · 58.34% 171.02/172.02 = 35.98%

Apex RT: 7.22
Area: 22188121

RT: 7.22 | 2162012_a006

RT: 7.22
AA: 14786141.86
AH: 13266176.00
SN: 30737.06

m/z: 170.01
4.96% · 44.96% 170.01/172.02 = 23.97%

Apex RT: 7.22
Area: 14786142

Ready

Waiting for Device Initialization

User: AMER\gail.harrison

Qualitativa in SIM - Ione di conferma

SOFTWARE : TraceFinder

The screenshot displays the Thermo TraceFinder software interface. The main window is titled "Data Review - Demo TR 20162012*". The interface includes a menu bar (File, Go, Help), a toolbar with various analysis tools, and a sidebar with navigation options: Batch View, Data Review (selected), Report View, and Local Method.

The central data table lists 11 samples with columns for Status, Flags, Filename, Sample type, Level, Sample ID, Sample name, Comment, Vial position, Injection volume, and Expected. Sample 6 is highlighted in blue, indicating it is the selected sample for analysis.

Below the table, the chromatogram shows relative intensity versus retention time (RT) in minutes. A peak at 10.94 minutes is highlighted with a red triangle. The chromatogram also shows other peaks at 10.32, 10.77, 11.12, 11.18, 11.40, 11.56, 11.62, 11.93, 11.97, and 12.21 minutes.

On the left side of the chromatogram, a zoomed-in view of the peak at 10.94 minutes is shown, with the following data: RT: 10.94, AA: 177078115.27, AH: 145962835.19, SN: 213.89.

On the right side, a mass spectrum plot shows relative intensity versus m/z. The base peak is at m/z 202.00. Other significant peaks are at m/z 75.00, 101.00, 200.00, and 204.00.

Below the mass spectrum, a table lists the top three library entries for the identified peak:

Rank	SI	RSI	MP	Library entry
1	948	948	57	Fluoranthene
2	939	940	57	Fluoranthene
3	939	940	57	Fluoranthene

The bottom status bar shows "Waiting for Device Initialization" and "User: AMER\gail.harrison".

Full Scan Analisi qualitativa – Identificazione di sconosciuti

FINE

Grazie per l'attenzione

