

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



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