



Application Note AN-S-395

Analisi dell'esame forense con IC

Determinazione di concentrazioni basse di clorato, tiosolfato, tiocianato e perclorato, oltre ai principali anioni, negli esplosivi e nei residui delle esplosioni

Gli istituti forensi esaminano gli agenti utilizzati durante guerre e attacchi terroristici tramite l'analisi del rilevamento in tracce degli esplosivi usati e dei loro residui. Gli ingredienti principali degli esplosivi sono combustibili e ossidanti, come ossialogenuri (ad es. clorato, perclorato), nonché nitrati, zolfo, composti contenenti fosforo, metalli, zuccheri e idrocarburi [1]. Tipici residui inorganici post-blasti includono tiocianato e tiosolfato. Per i reparti di investigazione criminale e le agenzie di sicurezza governative è

particolarmente importante acquisire le «impronte chimiche». Gli enti per la pubblica sicurezza e la protezione ambientale analizzano i componenti che possono contaminare il sottosuolo e infiltrarsi nelle acque sotterranee. La cromatografia ionica (IC) che utilizza il rilevamento della conduttività soppressa consente una determinazione sensibile e robusta di contaminanti anionici come clorato, tiosolfato, tiocianato e perclorato accanto ai comuni anioni inorganici in un ampio intervallo di concentrazione.

ANALISI

I campioni artificiali sono stati disciolti in metanolo al 10% e filtrati automaticamente utilizzando l'ultrafiltrazione in linea. L'intelligent Partial Loop Injection Technique (MiPT) di Metrohm consente l'iniezione di un volume variabile preciso a seconda del carico del campione e una calibrazione automatica.

Gli anioni vengono separati sulla colonna analitica Metrosep A Supp 4 - 250/4.0 utilizzando un eluente carbonato di sodio / carbonato acido di sodio e un gradiente di flusso (Figura 1).

Soppressione sequenziale, inclusi prodotti chimici e CO₂-soppressione, riduce la conduttività di fondo a circa 1 µS/cm e migliora notevolmente il rapporto segnale/rumore. Tutti gli anioni sono determinati con un rilevatore di conducibilità e quantificati con il software MagIC Net.



Figure 1. Strumentazione IC Metrohm compatta e di facile utilizzo per quantificare vari anioni negli esplosivi e nei residui di esplosione.

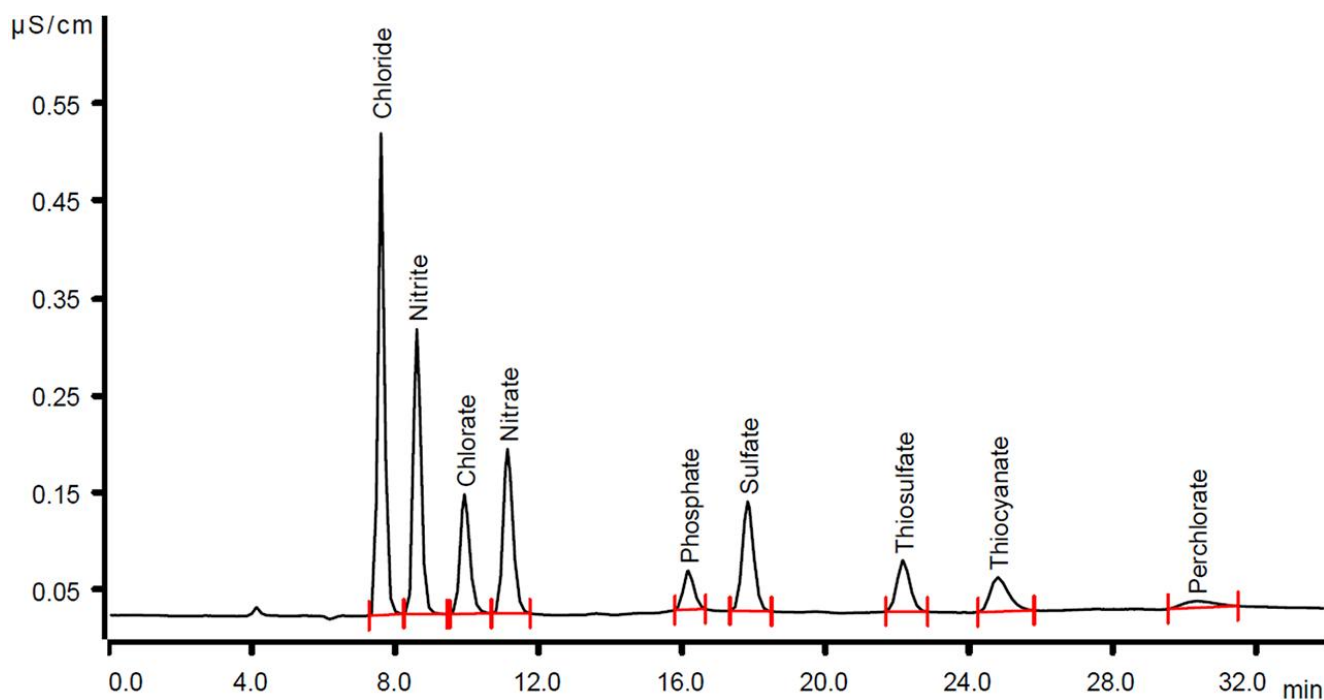


Figure 2. Segnale di conducibilità soppresso di anioni inorganici (1 mg/L), separati su una colonna Metrosep A Supp 4 - 250/4,0 (eluente: 1,8 mmol/L carbonato di sodio, 1,7 mmol/L di carbonato acido di sodio, gradiente di flusso 0,7–1,5 mL/min, temperatura della colonna 30 °C, volume del campione 10 µL).

RISULTATI

Il metodo IC sviluppato offre un'analisi semplice, robusta e veloce degli additivi anionici e dei residui relativi agli esplosivi. La **figura 2** visualizza il

cromatogramma di una soluzione standard da 1 mg/l. Il metodo copre le specifiche mostrate in **Tabella 1**.

Tabella 1. Specifiche del metodo

Parametro	Specifica
LOQ	≤ 1 mg/L per ogni anione, RSD $\leq 25\%$
Calibrazione	Anioni = 1–100 mg/L Perclorato = 1–50 mg/L
Risoluzione	≥ 2 per ogni separazione
Vuoto	$<0,1$ mg/l
Tempo di esecuzione	32 minuti

CONCLUSIONE

Un gradiente di flusso accelera i componenti a eluizione tardiva, riducendo il tempo di analisi a 32 minuti e migliorando le forme dei picchi. Il metanolo aggiunto nella matrice del campione non ha interferito in alcun modo con l'analisi. Per tutti i componenti, il limite di quantificazione era inferiore a 1 mg/L e la risoluzione era superiore a 2 per l'intero intervallo di calibrazione.

L'utilizzo della colonna Metrosep A Supp 4 a temperatura ambiente consente l'analisi con un

sistema IC compatto. Per una caratterizzazione esplosiva completa, inclusi gli anioni sopra specificati e i cationi, un sistema professionale a due canali fornisce una soluzione redditizia.

Studi avanzati di residui esplosivi vengono eseguiti con IC-MS (cromatografia ionica accoppiata a spettrometria di massa) per confermare ulteriormente l'identificazione dell'analita con un rivelatore di massa [2].

RIFERIMENTI

1. Dicoski et al. (2006), Lettere analitiche, 39(4), 639–657.

2. Barron et al. (2014), Analytica Chimica Acta 806 (2014) 27–54.

Internal reference: AW IC FR6-0100-062017

CONTACT

Metrohm Italiana Srl
Via G. Di Vittorio, 5
21040 Origgio (VA)

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE

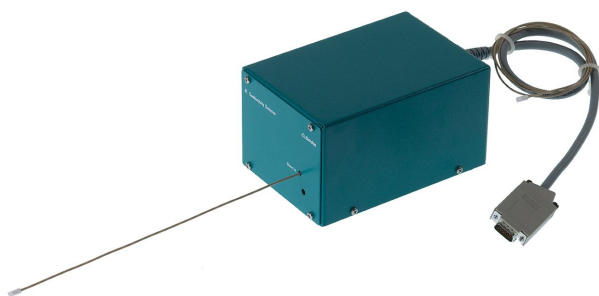


930 Compact IC Flex Oven/SeS/Deg

Il 930 Compact IC Flex Oven/SeS/Deg è l'intelligente strumento Compact-IC con **forno della colonna**, **soppressione sequenziale** e **Degasser** incorporato. Per la rigenerazione del soppressore è possibile impiegare un 800 Dosino. Lo strumento può essere impiegato con qualsiasi metodo di separazione e di rilevamento.

Campi d'impiego tipici:

- Determinazione di anioni o cationi con soppressione sequenziale e rilevamento della conduttività



IC Conductivity Detector

Rilevatore della conducibilità ad alte prestazioni compatto e intelligente per gli strumenti IC intelligenti. Eccellente stabilità di temperatura, la completa elaborazione del segnale all'interno del blocco del rivelatore protetto e DSP – Digital Signal Processing – di ultima generazione garantiscono la massima precisione della misura. Grazie al range dinamico di lavoro non sono necessari cambiamenti (anche non automatici) del range di misura.



Metrosep A Supp 4 - 250/4,0

La Metrosep A Supp 4 - 250/4,0 è una colonna estremamente robusta con eccellenti proprietà di separazione. La fase di separazione consiste di particelle di polivinilalcole con un diametro di 9 µm, ricoperte di gruppi ammonici quaternari. Questa struttura garantisce un'elevata stabilità e una grande tollerabilità al particolato che può attraversare il filtro integrato sulla colonna. La Metrosep A Supp 4 - 250/4,0 ha una media capacità di scambio ionico; il solfato eluisce dopo 12,5 min. Il numero di piatti di questa colonna è più alto di quelli della colonna di separazione Metrosep Anion Dual 2 - 75/4,6. La Metrosep A Supp 4 - 250/4,0 è particolarmente adatta per tutte le richieste di routine nell'analisi delle acque.



858 Professional Sample Processor – Pump

L'858 Professional Sample Processor – Pump per il trattamento di campioni con volumi compresi tra 500 µL e 500 mL. Il trasferimento del campione avviene o attraverso la pompa peristaltica bidirezionale a doppio canale integrata o tramite un 800 Dosino.



Rotore MSM A

Rotore del soppressore per tutti gli strumenti IC con MSM



MagIC Net 4.0 Professional: 1 licenza

Programma PC professionale per il controllo di tutti i sistemi Professional IC intelligenti, strumenti Compact IC e periferiche, di tutti i rilevatori e dei vari autocampionatori, 800 Dosino, 771 Compact Interface ecc. Il software consente il controllo, l'acquisizione, la valutazione e il monitoraggio dei dati, nonché la creazione di documenti delle analisi ionocromatografiche.

Interfaccia utente grafica per operazioni di routine, ampi programmi di banche dati, sviluppo di metodi, configurazione e controllo manuale del sistema; amministrazione utenti molto flessibile, operazioni su banche dati potenti, ampie funzioni di esportazione dei dati, generatore di documenti configurabile individualmente, controllo e monitoraggio di tutti i componenti di sistema e dei risultati della cromatografia.

MagIC Net Professional soddisfa per intero la normativa FDA 21 CFR Part 11 nonché la Buona pratica di laboratorio.

MagIC Net è disponibile in 16 lingue di dialogo: tedesco, inglese, cinese, cinese tradizionale, francese, italiano, spagnolo, portoghese, bulgaro, ceco, ungherese, giapponese, coreano, russo, slovacco, polacco

1 licenza

L'installazione e i documenti vengono forniti su una chiave USB.