

Método rápido para análisis de compuestos Semi Volátiles en aguas de consumo ó continentales por GCMS

(Método desarrollado por CromLab S.L.)

Introducción

Este método para el análisis de Semi VOC's en agua limpia permite explotar las capacidades de los modernos instrumentos cromatográficos GCMS con el uso de una columna especialmente diseñada para este fin.

Materiales

A. *Estándares Certificados. Ver Tabla 1 para la composición del Mix.*

1. AccuStandard

Z-014J	Internal Std Mix, 1 mL.
M-508P-B-R	Method 508-Chlorinated Pesticides by GC/ECD, 1 mL.
M-680P	Pesticide Mixture, 1 mL.
M-617-2	Method 617 Chlorinated Pesticides Mix 2, 1 mL.
M-8140M-5X	Organo Phosphorous Pesticides Mix, 1 mL.
M-8141M	Additions to Method 8140, 1 mL.
M-8141A-1M	Method 8141 Additions to Method 8140, 1 mL.

2. Dr. Ehrenstorfer

XA06190100AC	Triazine Pesticide Mix 1, 100 ng/μl, 1 ml
XA10331000CY	Atrazine-desethyl, 100 ng/μl, 1 ml
XA17303000AL	Terbutylazine-desethyl, 100 ng/μl, 1 ml
XA10332000AL	Atrazine-desisopropyl, 100 ng/μl, 1 ml

B. Columna

SGE

054101	30M X 0.25MM ID - BPX5 0.25UM
054701	30M X 0.25MM ID - BPX35 0.25UM

Nota BPX35 es ligeramente más polar y permite una mejor selectividad en la separación de las triazinas. Se puede usar como opción.

Extracción

Se extraen 0.8L de agua salada con 2-4 g de NaCl con tres alícuotas de 50 mL de CH₂Cl₂, durante 30".

Combinar los extractos y evaporar bajo vacío hasta aproximadamente 1 mL.

Trasvasar a un vial adecuado y evaporar a sequedad bajo corriente de N₂.

Recuperar con 200 uL de Hexano.

Añadir el/los P.I. (concentración 1 ng/uL para GCMS).

Se puede usar el mix para dopar un blanco y calcular las recuperaciones.

Preparación de los Estándares

Diluir adecuadamente las mezclas de calibración hasta obtener una concentración final de 10 ng/uL.

De esta solución madre se preparan soluciones diluidas de 1 a 0,01 ng/uL.

Una recta de calibrado con los siguientes puntos resulta aconsejable:

1 ng/uL, 0.8 ng/uL, 0.6 ng/uL, 0.4 ng/uL, 0.2 ng/uL, 0.1 ng/uL, 0.05 ng/uL, 0.025 ng/uL, 0.01 ng/uL.

Tabla 1. Composición

Pest. Clorados (M-508P-B-R)	Pest. Clorados (M-680P)	Pest. Org.fosf. (M-8140M-5X)
a-Chlordane	Aldrin	Azinphos methyl
g-Chlordane	a-BHC	Bolstar
Chlorobenzilate	b-BHC	Chlorpyrifos
Chloroneb	g-BHC	Coumaphos
Chlorothalonil	d-BHC	Demeton (mixed isomers)
Chlorpyrifos	a-Chlordane	Diazinon
DCPA	g-Chlordane	Dichlorvos
Etridiazole	4,4'-DDD	Disulfoton
Hexachlorobenzene	4,4'-DDE	Ethoprop
cis-Permethrin	4,4'-DDT	Fensulfothion
trans-Permethrin	Dieldrin	Fenthion
Propachlor	Endosulfan I	Merphos
Trifluralin	Endosulfan II	Methyl parathion
Pest. Clorados (M-617-2)	Endosulfan sulfate	Mevinphos
Captan	Endrin	Naled
Carbophenothion	Endrin aldehyde	Phorate
Dichloran	Endrin ketone	Ronnel
Dicofol	Heptachlor	Stirophos
Isodrin	Heptachlor epoxide (isomer B)	Tokuthion
Mirex	Methoxychlor	Trichloronate
Pentachloronitrobenzene	cis-Nonachlor	
Perthane	trans-Nonachlor	
Trifluralin		
Triazinas (XA06190100AC)	Z-014G	Pest. Org.fosf. (M-8141A-1M)
Ametryn	Acenaphthene	Azinphos ethyl
Atraton	Acenaphthylene	Carbophenothion
Atrazine	Anthracene	Chlorfenvinphos
Prometon	Benz(a)anthracene	Dioxathion
Prometryn	Benzo(a)pyrene	Ethion
Propazine	Benzo(b)fluoranthene	Famphur
Secbumeton	Benzo(g,h,i)perylene	Leptophos
Simazine	Benzo(k)fluoranthene	Phosmet
Simetryn	Chrysene	Phosphamidon
Terbutylazine	Dibenz(a,h)anthracene	Terbufos
Terbutryn	Fluoranthene	
Patrones Internos (Z-014J)	Fluorene	Pest. Org.fosf.s (M-8141M)
Acenaphthene-d10	Indeno(1,2,3-cd)pyrene	Dimethoate
Chrysene-d12	Naphthalene	EPN
1,4-Dichlorobenzene-d4	Phenanthrene	Malathion
Naphthalene-d8	Pyrene	Monocrotophos
Perylene-d12		Ethyl parathion
Phenanthrene-d10		Sulfotep
		TEPP
XA10332000AL	XA17303000AL	XA10331000CY
Atrazine-desisopropyl	Terbutylazine-desethyl	Atrazine-desethyl

Condiciones Instrumentales

Tanto si se usa una BPX5 (30mx0.25mmx0.25um) como una BPX35, las condiciones y el programa de temperaturas aconsejado son:

Caudal He: 1.0 mL/min

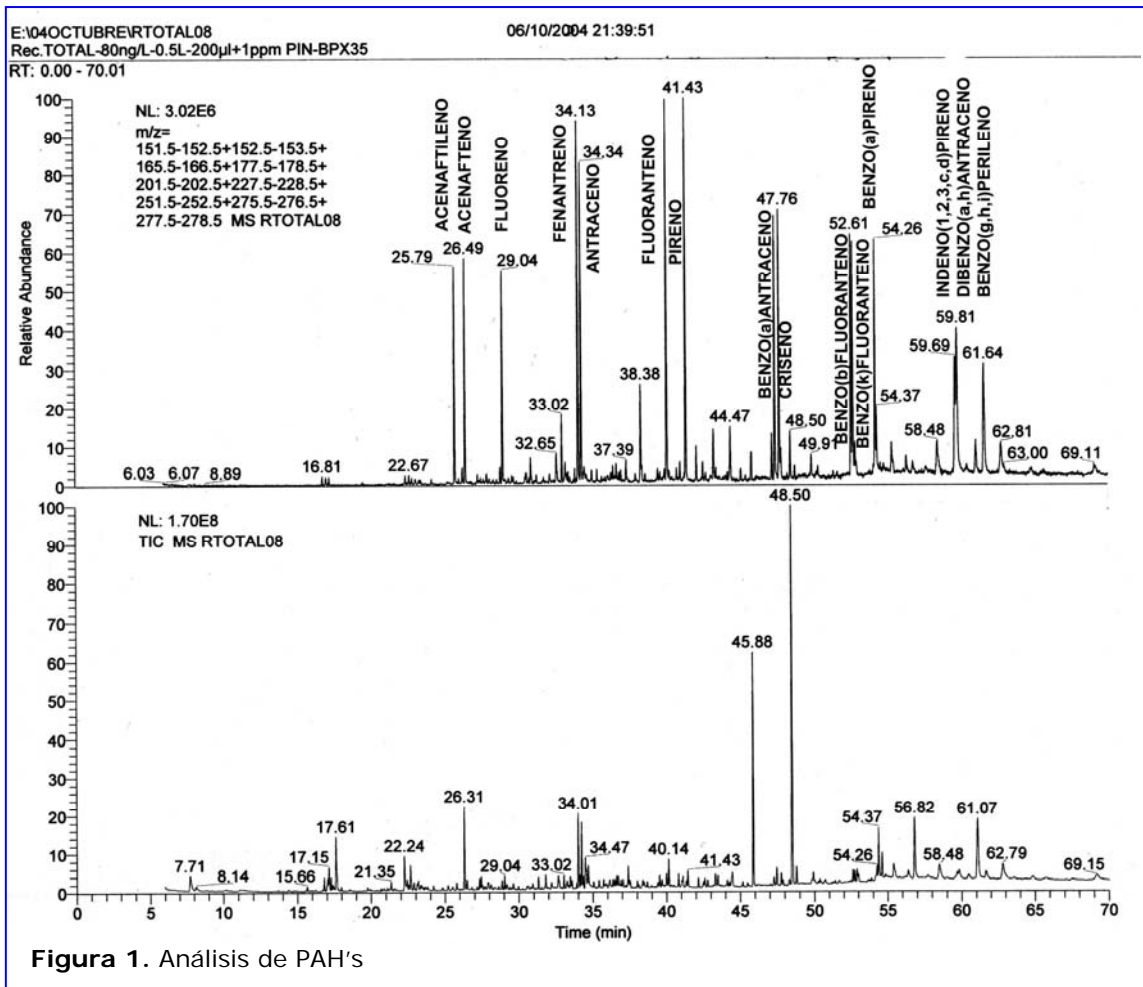
T Inj: 275°C

T Interfase: 310°C

SplitLess : 60"

Vol. Inj.: 1 uL

Programa : 60°C (3')-8°C/min-310°C (10')



Cromatogramas (Parcial con columna BPX35)

Figura 1. Determinación de PAH's. El cromatograma TIC MS RTOTAL08 es el registro TIC. En la parte superior el registro con los iones seleccionados.

Figura 2. Determinación de Pesticidas Organoclorados. El cromatograma TIC MS RTOTAL08 es el registro TIC. En la parte superior el registro con los iones seleccionados.

Figura 3. Determinación de Triazinas. El cromatograma TIC MS RTOTAL08 es el registro TIC. En la parte superior el registro con los iones seleccionados.

NOTA IMPORTANTE

Este procedimiento es válido si la matriz es relativamente limpia como sucede en las aguas potables, continentales ó subterráneas.

Otro tipo de muestras con mayor matriz pueden requerir un clean-up más sofisticado.

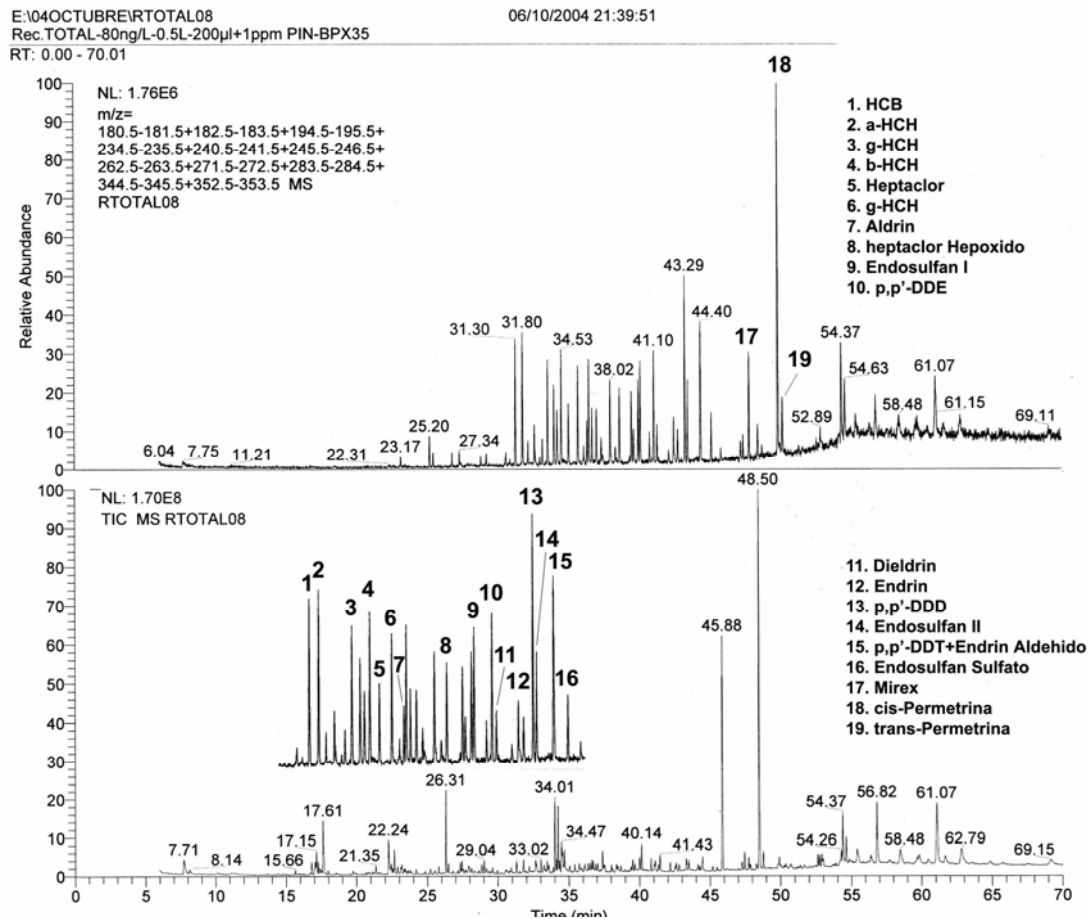


Figura 2. Análisis de Pesticidas Clorados

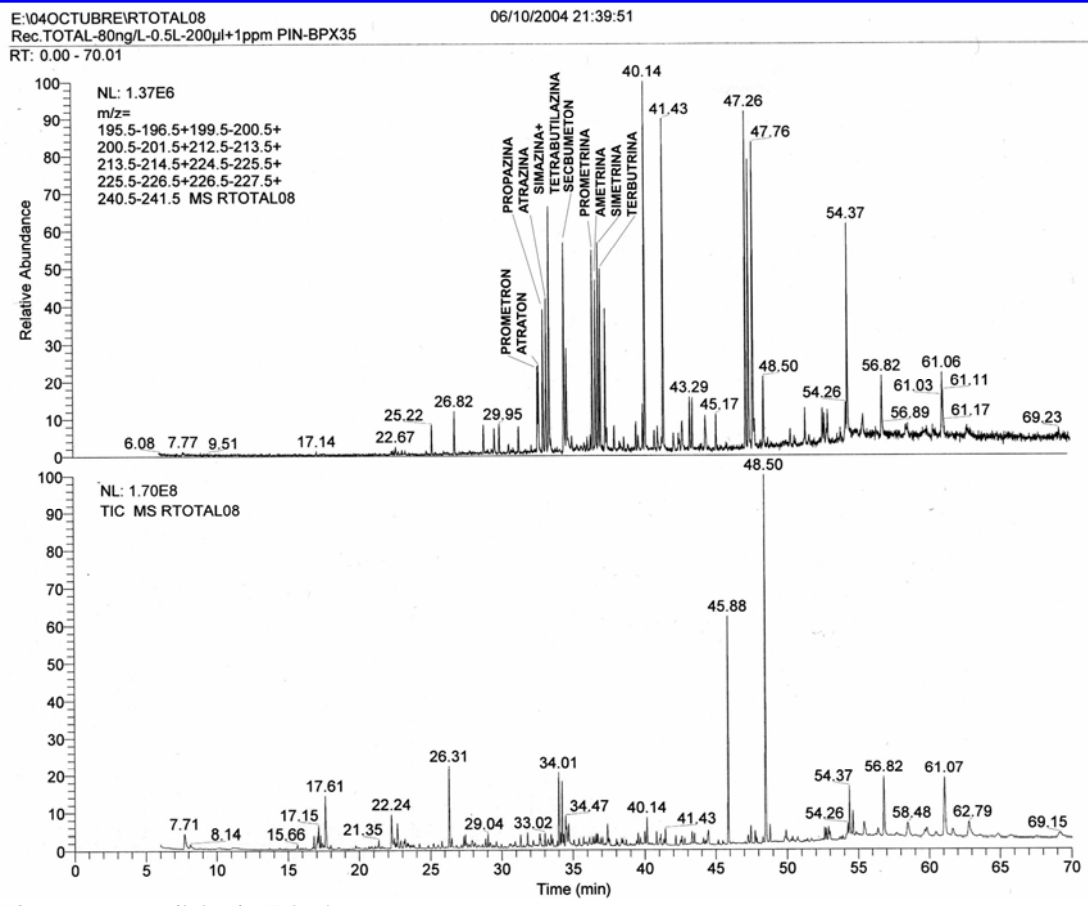


Figura 3. Análisis de Triazinas