

**TITULO: Determinación de compuestos orgánicos en muestras de agua mediante cromatografía de gases/espectrometría de masas**

---

## **1.- INTRODUCCIÓN**

El presente método describe un procedimiento general para el análisis cualitativo de un amplio rango de compuestos orgánicos en muestras de aguas naturales, El método es aplicable para compuestos que puedan ser retenidos eficazmente sobre una fase de octadecilsilice y que posean una presión de vapor suficientemente elevada como para poder ser separados mediante cromatografía de gases. El método puede ser apropiado también para la cuantificación de estos compuestos siempre que sean conocidos el factor de recuperación y el coeficiente de variación del método para el compuesto concreto que se desea cuantificar.

Dado que el método pretende la identificación de la mayoría de los compuestos orgánicos presentes en la muestra, no debe realizarse ningún tipo de limpieza en los extractos, limitándose el proceso de preparación de las muestras, en consecuencia, a los pasos de extracción y concentración.

## **2.- PRINCIPIO**

Los compuestos orgánicos objeto de este protocolo, de naturaleza lipófila, son extraídos de la muestra de agua por retención sobre un cartucho o un disco que contenga una fase orgánica octadecilsilil ligada químicamente a una matriz sólida. Los compuestos retenidos son eluidos posteriormente mediante una pequeña cantidad de disolvente orgánico, concentrados para aumentar la sensibilidad del método, separados mediante cromatografía de gases e identificados mediante espectrometría de masas.

**TITULO: Determinación de compuestos orgánicos en muestras de agua mediante cromatografía de gases/espectrometría de masas**

---

**3.- MATERIAL**

- Pipetas graduadas de 5 y 10 ml.
- Probetas de 10 y 500 ml.
- Matraces aforados de 1 ml.
- Vasos de precipitados, embudos, matraces Erlenmeyer y otro material general de laboratorio.
- Columna capilar para cromatografía de gases impregnada con una fase estacionaria de polaridad media (BP-5, SBP-5, CP-Sil 8, HP-5, o equivalentes), de 25 m de longitud y con un diámetro interno adecuado a las características del cromatógrafo que se pretenda utilizar.
- Microjeringas para cromatografía de gases.

El material de vidrio a utilizar deberá estar completamente limpio, debiendo enjuagarse previamente a su utilización con agua desmineralizada, con la propia muestra o con el reactivo a utilizar según sea el caso.

El material volumétrico a utilizar deberá ser siempre de clase A, debiendo tenerse particularmente en cuenta este aspecto si se pretende realizar una cuantificación.

**TITULO: Determinación de compuestos orgánicos en muestras de agua mediante cromatografía de gases/espectrometría de masas**

---

**4.- APARATOS**

- Evaporador rotatorio provisto de un baño de agua con control adecuado de temperatura.
- Cromatógrafo de gases equipado con un detector selectivo de masas.

**5.- REACTIVOS**

- Cartuchos de extracción en fase sólida que contengan 500 mg de octadecilsílice (Waters Sep-Pak o equivalentes).
- Agua desmineralizada de calidad ISO tipo 1 (Milli Q o equivalente).
- Ácido clorhídrico 37%.
- Acetato de etilo.
- Diclorometano.
- Metanol
- Sulfato sódico anhidro.
- Papel de filtro de tamaños de poro medio y fino (Whatman n° 1 y 2 o equivalentes).

**TITULO: Determinación de compuestos orgánicos en muestras de agua mediante cromatografía de gases/espectrometría de masas**

---

Todos los disolventes y reactivos a utilizar deberán ser de calidad P.A. o, preferiblemente, de calidad “para análisis de residuos”. Todos los reactivos de calidad P.A. a utilizar, deberán ser chequeados mediante la realización de un análisis en blanco para comprobar que no contienen compuestos que puedan dar lugar a la aparición de artefactos.

## **6.- PROCEDIMIENTO**

### 6.1.- PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Filtrar la muestra a través de un papel de poro fino (Whatman nº 2). Medir 500 ml del agua filtrada, añadir 2,5 ml de metanol y ajustar el pH del agua a un valor de 2 mediante unas gotas de ácido clorhídrico.

### 6.2.- PREPARACIÓN DEL CARTUCHO DE EXTRACCIÓN

Unir al cartucho de extracción un depósito de 50 - 100 ml, eluir el cartucho de extracción con 5 ml de acetato de etilo y dejar drenar completamente el disolvente; repetir la elución con 5 ml de diclorometano y dejar drenar de nuevo el cartucho a sequedad. Tras estos dos pasos de lavado, activar el cartucho de extracción eluyendo a través de él 10 ml de metanol, y acto seguido, sin permitir que en ningún momento descienda el líquido por debajo de la parte superior del cartucho, con 10 ml de agua desmineralizada. El cartucho de extracción a partir de este momento, no deberá quedar nunca en seco, y la adición de la muestra deberá comenzar en el momento en que el nivel de agua destilada alcance la parte superior del cartucho.

**TITULO: Determinación de compuestos orgánicos en muestras de agua mediante cromatografía de gases/espectrometría de masas**

---

6.3.- EXTRACCIÓN DE LA MUESTRA

Comenzar el paso de la muestra a través del cartucho de extracción inmediatamente después del proceso de activación. El paso de la muestra de agua a través del cartucho requiere, habitualmente, de un ligero vacío para lograr una velocidad de paso adecuada (el nivel de vacío debe ser suficiente para que los 500 ml de muestra pasen en una hora aproximadamente). Tras pasar la totalidad de la muestra de agua a través del cartucho, dejar drenar éste a sequedad; acto seguido, hacer pasar aire a través del cartucho durante diez minutos para secarlo completamente. Eluir el cartucho con 5 ml de acetato de etilo y, seguidamente, con 5 ml de diclorometano, combinando ambos eluidos; eliminar los restos de agua del extracto mediante una pequeña cantidad de sulfato sódico anhidro y filtrar a través de un papel de filtro de poro medio (Whatman n° 1) para eliminar el sulfato sódico, lavar éste con 2 ml de diclorometano y añadir esta disolución de lavado al extracto filtrado.

Transferir el extracto a un matraz de fondo redondo de 50 ml, cuidando de no llenar excesivamente el matraz, y evaporar el disolvente en un evaporador rotatorio cuidando de que la temperatura del baño no supere los 40 °C y de que el extracto no se evapore nunca a sequedad (ver nota 8.1). En los últimos pasos de la evaporación, añadir una pequeña cantidad (4 - 5 ml) de acetato de etilo, evaporar y volver a repetir este último procedimiento, prosiguiendo la evaporación hasta obtener un volumen de menos de 1 ml. Recoger el extracto concentrado con una pipeta Pasteur y llevarlo a un volumen exacto de 1 ml.

6.4.- ANÁLISIS CROMATOGRÁFICO

Ajustar las condiciones de trabajo del cromatógrafo de acuerdo con los siguientes parámetros:

**TITULO: Determinación de compuestos orgánicos en muestras de agua mediante cromatografía de gases/espectrometría de masas**

---

Temperatura de inyección:	210 °C
Temperatura de columna:	Programada, 70 hasta 310°C con una rampa de 10 °C/min e isoterma final de 5 min.
Temperatura del detector:	280 °C
Gas portador:	Helio
Presión de gas portador:	5 p.s.i.
Inyección:	“Splitless”, 2 minutos

Los parámetros de análisis mencionados, que se utilizan para el análisis cualitativo con detector selectivo de masas, son indicativos y puede ser necesario modificarlos en función del instrumento y de la columna utilizada.

## **7.- IDENTIFICACIÓN DE LOS ANALITOS**

Los componentes de la muestra se identifican mediante la comparación de sus espectros de masas con los espectros de referencia de una biblioteca de espectros apropiada (NIST, WILEY, etc.) o por comparación con espectros de masas obtenidos a partir inyecciones de sustancias patrón (ver nota 8.2).

## **8.- OBSERVACIONES**

8.1.- El procedimiento de concentración mediante un evaporador rotatorio conlleva siempre un cierto riesgo de pérdida de analitos, particularmente de los más volátiles; este riesgo se ve atenuado debido a la existencia de un equilibrio disolución/vapor que tiende a minimizar la volatilización de los analitos disueltos, particularmente cuando su solubilidad en el disolvente

**TITULO: Determinación de compuestos orgánicos en muestras de agua mediante cromatografía de gases/espectrometría de masas**

---

implicado es muy elevada. Es necesario, en consecuencia, que el disolvente no llegue a evaporarse totalmente en ningún momento durante el proceso de concentración. Si se sospecha la presencia de analitos extremadamente volátiles, puede ser necesaria la utilización de un evaporador de Kuderna-Danish en lugar del evaporador rotatorio.

8.2.- Los isómeros estructurales, en particular los de compuestos aromáticos, dan lugar a espectros de masas prácticamente indistinguibles. La identificación de este tipo de isómeros sólo puede ser llevada a cabo mediante la comparación del tiempo de retención del analito con las de sustancias patrón adecuadas

**9.- EXCEPCIONES**

No procede.

**10.- CLAUSULA DE ESCAPE**

De existir algún problema acudir al técnico responsable.

**11.- REVISIONES**

Una vez al año salvo introducción de modificaciones.

**TITULO: Determinación de compuestos orgánicos en muestras de agua mediante cromatografía de gases/espectrometría de masas**

---

## **12.- RESPONSABILIDADES**

El operario es responsable del seguimiento de este PNT.

## **13.- DOCUMENTACIÓN**

U.S. Environmental Protection Agency. Methods for Organic Chemical Analysis of Municipal and Industrial Wastewater. Method 525.2. Determination of Organic Compounds in Drinking Water by Liquid-solid Extraction and Capillary Column Gas Chromatography/mass Spectrometry