

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: DQUCxx
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de contaminantes orgánicos en sedimentos	Edición: 2011
		Página: 1 de 27

INDICE
<p>1.- OBJETO</p> <p>2.- CAMPO DE APLICACIÓN</p> <p>3.- DOCUMENTACIÓN DE REFERENCIA</p> <p>4.- DEFINICIONES</p> <p>5.- DESCRIPCIÓN</p> <p>5.1. Principio del método</p> <p>5.2. Instrumentación, materiales y reactivos</p> <p>5.3. Preparación de patrones y reactivos</p> <p>5.4. Conservación y mantenimiento de las muestras</p> <p>5.5. Tratamiento de la muestra</p> <p>5.6. Condiciones de operación y calibrado</p> <p>5.7. Análisis de la muestra</p> <p>5.8. Cálculo de resultados</p> <p>5.9. Control de calidad</p> <p>5.10. Informe de resultados</p> <p>5.11. Normas de seguridad</p> <p>5.12. Eliminación de residuos</p> <p>5.13. Responsables</p> <p>6.- ARCHIVO Y CONSERVACIÓN DE LA DOCUMENTACIÓN</p> <p>7.- DOCUMENTACIÓN COMPLEMENTARIA</p> <p>8.- DOCUMENTACIÓN QUE SUSTITUYE</p> <p>9.- ÁREAS DE DISTRIBUCIÓN</p> <p>10.- ANEXOS</p>

MODIFICACIONES RESPECTO A LA EDICIÓN ANTERIOR

Elaborado:	Revisado:	Aprobado:
Oscar Pindado Jiménez		
Fecha: 14 / 3 /2011	Fecha:	Fecha:

	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: DQUCxx
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de contaminantes orgánicos en sedimentos	Edición: 2011
		Página: 2 de 27

1.- OBJETO

Efectuar la determinación de contaminantes orgánicos (AHs, PAHs, PCBs y pesticidas) en muestras de sedimentos mediante el empleo de GC/MS.

2.- CAMPO DE APLICACIÓN

Este procedimiento es aplicable a la determinación de las siguientes familias de contaminantes orgánicos: hidrocarburos alifáticos, hidrocarburos aromáticos policíclicos, bifenilos policlorados y pesticidas en muestras de sedimentos.

3.- DOCUMENTACIÓN DE REFERENCIA

- Análisis de contaminantes orgánicos en muestras de suelo y sedimentos. Universidad de Costa Rica. Centro de investigación en contaminación ambiental. Código del documento, MAR-16.

4.- DEFINICIONES

Columna capilar: Se refiere a un tubo capilar abierto, normalmente de 0.25 mm de diámetro, de sílice fundida y en cuyo interior se fija una película de fase estacionaria.

Contaminantes orgánicos: Hidrocarburos alifáticos (AHs), hidrocarburos alifáticos policíclicos (PAHs), bifenilos policlorados (PCBs) y pesticidas organoclorados.

Equipo de Protección Individual (EPI): Equipos destinados ha ser llevado o sujetado por un trabajador para que le proteja de los riesgos que puedan amenazar su seguridad o su salud en el trabajo.

Exactitud: Grado de concordancia de un resultado con el valor verdadero o aceptado de una especie determinada.

Interferencia: Sustancia presente en la muestra que altera el valor correcto de los analitos de interés. En cromatografía se presenta como una coelución de compuestos.

Intervalo dinámico lineal: Zona del calibrado en la que la respuesta analítica, para cromatografía el área del pico cromatográfico, es directamente proporcional a la concentración de analito.

Inyector PTV: Inyector de Temperatura de Vaporización Programada.

Límite de cuantificación: Concentración más baja, de un analito en una muestra, que puede determinarse con precisión y exactitud aceptable bajo unas condiciones experimentales determinadas.

Límite de detección: Concentración asociada a la señal analítica más pequeña que puede distinguirse de las fluctuaciones del fondo bajo unas condiciones experimentales determinadas.

Patrón interno: Compuesto que se introduce en la propia muestra y al cual se refieren las áreas de los demás componentes.

Precisión: Dispersión de los valores obtenidos al realizar una serie de medidas repetitivas e independientes del método analítico.

PTFE: Polímero politetrafluoretileno.

	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: DQUCxx
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de contaminantes orgánicos en sedimentos	Edición: 2011
		Página: 3 de 27

5.- DESCRIPCIÓN

5.1. Principio del método.

El objetivo del método es la determinación de diferentes contaminantes orgánicos en sedimentos. El método se basa en la extracción con ultrasonidos de los analitos de interés empleando disolventes orgánicos. Los extractos son centrifugados y filtrados para a continuación concentrarlos y realizar una etapa de purificación mediante cromatografía en columna. Los extractos purificados son analizados mediante la técnica de cromatografía de gases acoplada a la espectrometría de masas.

Los contaminantes orgánicos cuantificados en este método son los siguientes:

Hydrocarburos alifáticos (AHs). Hydrocarburos alifáticos de cadena lineal comprendidos entre el compuesto de 15 átomos de carbono y el de 40 átomos de carbono. Además se han cuantificado dos hidrocarburos alifáticos ramificados como son el fitano y el pristano.

PAHs. 16 hidrocarburos aromáticos policíclicos catalogados como prioritarios por la EPA. Acenafteno (Ace), Acenaftileno (Acy), Antraceno (An), Benzo(a)antraceno (BaAn), Benzo(a)pireno (BaPy), Benzo(b)Fluoranteno (BbFl), Benzo(k)fluoranteno (BkFl), Benzo(ghi)perileno (BghiPe), Criseno (Cry), Dibenzo(ah)antraceno (DBA), Fluoreno (F), Fluoranteno (Fl), Indeno pireno (InPy), Naftaleno (Np), Fenantreno (Ph) y Pireno (Py).

PCBs. 10 de los 209 congéneres que forman la familia de bifenilos policlorados. Se cuantifican congéneres monoclorados (PCB 1), diclorados (PCB 7), triclorados (PCB 30), tetraclorados (PCB 50), pentaclorados (PCB 97), hexaclorados (PCB 143), heptaclorados (PCB 183), octaclorados (PCB 202), nonaclorados (PCB 207) y decaclorados (PCB 209).

Pesticidas. 18 pesticidas clorados como el Aldrin, α -BHC, β -BHC, d-BHC, g-BHC, 4,4'-DDD, 4,4'-DDE, 4,4'-DDT, Dieldrin, Endosulfan I, Endosulfan II, Endosulfan sulfato, Endrin, Endrin aldehído, Endrin cetona, Heptaclor, Heptaclor epóxido y Metoxiclor.

5.2. Instrumentación, materiales y reactivos.

5.2.1. Instrumentación

Cromatógrafo de gases Agilent 6890 acoplado a un detector de espectrometría de masas Agilent serie 5975 con inyector automático Agilent 7683.

Baño de ultrasonidos.

Balanza analítica.

Granatario.

Centrífuga.

Estufa.

Placa calefactora.

Manta calefactora.

Agitador vortex.

Rotavapor.

 <p>Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas</p>	<p>DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)</p>	<p>Código: DQUCxx</p>
	<p>TIPO PROCEDIMIENTO</p> <p>Determinación de contaminantes orgánicos en sedimentos</p>	<p>Edición: 2011</p>

Vitrina.

Sistema de evaporación con corriente de nitrógeno.

5.2.2. Materiales

Columna cromatográfica de sílice fundida HP5-MS (30 m longitud ; 0.25 mm diámetro interno ; 0.25 µm fase estacionaria 5% de fenil metil silosano).

Sistema Soxhlet; matraz redondo de 2000 mL, recipiente de sifonado y refrigerante.

Cartuchos de extracción de celulosa 60 x 180 mm.

Columnas cromatográficas de vidrio (300 x 10 mm) con reservorio de 70 mL.

Soporte para columnas.

Desecadores.

Jeringas de 25, 50, 100, 250, 500, 1000 y 2500 µL (Hamilton y SGE).

Filtros PTFE de 0.2 µm.

Erlenmeyer de 500 mL.

Matraz aforado de 10 y 100 mL.

Matraces de 250 mL para concentración.

Probetas de 25, 50, 100 y 250 mL.

Tubos de centrífuga de 100 mL.

Vasos de precipitados.

Pipetas pasteur.

Viales de vidrio de 1 y 5 mL.

Insertos para viales de 100 y 200 µL.

Material de vidrio (embudos, pesa sustancias, vidrios de reloj, barras agitadoras, frascos transparentes y ámbar).

Agitadores magnéticos.

Papel aluminio.

Teflón.

5.2.3. Patrones y reactivos.

1-Clorododecano utilizado como patrón interno (Koch Light Laboratories).

Fenantreno deuterado D10 (10 µg·mL⁻¹ en ciclohexano) utilizado como patrón interno (Dr. Ehrenstorfer GmbH).

Alcanos. Patrón DRH-FTRPH-SET: Disolución de 500 µg·mL⁻¹ en hexano (Sigma Aldrich).

PAHs. Patrón PAH-Mix9: Disolución de 100 µg·mL⁻¹ en ciclohexano (Dr. Ehrenstorfer GmbH).

PCBs (1, 7, 30, 50, 97, 143, 183, 202, 207, 209). Disolución de 10 µg·mL⁻¹ en isooctano (Dr. Ehrenstorfer).

 <p>Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas</p>	<p>DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)</p>	<p>Código: DQUCxx</p>
	<p>Edición: 2011</p>	
	<p>TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de contaminantes orgánicos en sedimentos</p>	<p>Página: 5 de 27</p>

Pesticidas. Patrón EPA Method 617/8080/8250/8270. Disolución de 2000 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ en tolueno/hexano (1:1).

Material de referencia certificado (LGC6140). PAHs en suelo.

Diclorometano, hexano e isooctano calidad cromatográfica.

Alumina (Granulometría 0.063 - 0.200 mm).

Sílice (Granulometría 0.063 – 0.210 mm).

Cobre (Tamaño partícula < 63 μm).

Sulfato de sodio anhidro.

Agua desionizada.

5.3. Preparación de patrones y reactivos.

5.3.1. Patrones.

5.3.1.1. Patrones internos.

El patrón interno de 1-clorododecano se prepara por dilución del compuesto puro. Se prepara una disolución de 25 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ en hexano. Para ello se pesan 0.0025 g de 1-clorododecano puro y se diluyen con 100 mL de hexano en un matraz aforado.

Se emplea como patrón interno la disolución de Fenantreno D10 de 10 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ en ciclohexano.

5.3.1.2. Patrones primarios.

Se prepara un patrón de alcanos de 10 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ en hexano. Para ello se toman 200 μL del patrón DRH-FTRPH-SET de 500 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ y se diluye con 10 mL de hexano.

Se prepara un patrón de PAHs de 10 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ en hexano. Se toman 1000 μL del patrón PAH-Mix9 del 100 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ y se diluye con 10 mL de hexano.

Se prepara un patrón de PCBs de 10 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ en isooctano.

Se prepara un patrón de pesticidas de 10 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ en hexano. Para ello se toman 50 μL del patrón EPA Method 617/8080/8250/8270 de 2000 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ y se diluye con 10 mL de hexano.

Las concentraciones de cada uno de los analitos presentes en los patrones originales reflejados en el apartado 5.2.3. esta reflejado en el Anexo I.

5.3.1.3. Disoluciones de calibrado.

Se preparan disoluciones de 1 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ de cada uno de los patrones primarios. Para ello se toman 100 μL de los patrones primarios y se les añade 900 μL de disolvente (hexano para alcanos, PAHs y pesticidas e isooctano para PCBs).

A partir de los patrones de 10 y 1 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ se preparan por dilución las disoluciones de calibrado (Tablas 1-4).

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: DQUCxx
	Edición: 2011	
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de contaminantes orgánicos en sedimentos	

Tabla 1: Disoluciones de calibración de Alcanos.

Concentración Calibrado ($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)	Volumen Patrón alcanos	Volumen Patrón interno (1-clorododecano)	Volumen Hexano	Volumen total
2	100 μL del Patrón 10 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	50 μL	350 μL	500 μL
1	50 μL del Patrón 10 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	50 μL	400 μL	500 μL
0.5	250 μL del Patrón 1 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	50 μL	200 μL	500 μL
0.25	125 μL del Patrón 1 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	50 μL	325 μL	500 μL
0.1	50 μL del Patrón 1 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	50 μL	400 μL	500 μL

Tabla 2: Disoluciones de calibración de PAHs.

Concentración Calibrado ($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)	Volumen Patrón PAHs	Volumen Patrón interno (Ph D10)	Volumen Hexano	Volumen total
3.5	175 μL del Patrón de 10 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	50 μL	275 μL	500 μL
2	100 μL del Patrón de 10 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	50 μL	350 μL	500 μL
1	50 μL del Patrón de 10 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	50 μL	400 μL	500 μL
0.5	250 μL del Patrón de 1 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	50 μL	200 μL	500 μL
0.25	125 μL del Patrón de 1 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	50 μL	325 μL	500 μL
0.1	50 μL del Patrón de 1 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	50 μL	400 μL	500 μL
0.05	25 μL del Patrón de 1 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	50 μL	425 μL	500 μL

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: DQUCxx
	Edición: 2011	
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de contaminantes orgánicos en sedimentos	

Tabla 3: Disolución de calibración de PCBs.

Concentración Calibrado ($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)	Volumen Patrón PCBs	Volumen Patrón interno (Ph D10)	Volumen Hexano)	Volumen total
1	50 μL del Patrón 10 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	50 μL	400 μL	500 μL
0.8	40 μL del Patrón 10 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	50 μL	410 μL	500 μL
0.5	250 μL del Patrón 1 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	50 μL	200 μL	500 μL
0.25	125 μL del Patrón 1 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	50 μL	325 μL	500 μL
0.1	50 μL del Patrón 1 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	50 μL	400 μL	500 μL
0.05	25 μL del Patrón de 1 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	50 μL	425 μL	500 μL

Tabla 4: Disoluciones de calibración de Pesticidas.

Concentración Calibrado ($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)	Volumen Patrón Pesticidas	Volumen Patrón interno (Ph D10)	Volumen Hexano	Volumen total
2	100 μL del Patrón de 10 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	50 μL	350 μL	500 μL
1	50 μL del Patrón de 10 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	50 μL	400 μL	500 μL
0.5	250 μL del Patrón de 1 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	50 μL	200 μL	500 μL
0.25	125 μL del Patrón de 1 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	50 μL	325 μL	500 μL
0.1	50 μL del Patrón de 1 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	50 μL	400 μL	500 μL
0.05	25 μL del Patrón de 1 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	50 μL	425 μL	500 μL

5.3.2. Preparación del cobre.

Depositar aproximadamente 100 gramos de cobre en un Erlenmeyer de 500 mL. Colocar sobre una placa calefactora en vitrina.

Añadir 250 mL de agua desionizada. Calentar suavemente y agitar la mezcla durante 15 minutos. Decantar el agua y repetir el procedimiento 3 veces.

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: DQUCxx
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de contaminantes orgánicos en sedimentos	Edición: 2011
		Página: 8 de 27

Añadir acetona hasta cubrir el cobre. Calentar y agitar la muestra durante 15 minutos. Decantar la acetona y repetir el procedimiento 3 veces.

Añadir hexano hasta cubrir el cobre. Calentar y agitar la muestra durante 15 minutos. Decantar el hexano y repetir el procedimiento 3 veces.

Añadir Hexano hasta cubrir el cobre. Mantener la mezcla tapada y en oscuridad para su utilización.

5.3.3. Acondicionamiento de alúmina.

5.3.3.1. Limpieza de alúmina con disolventes orgánicos.

Colocar la alúmina en un cartucho de celulosa (60 x 180 mm). Tapar con papel de filtro para evitar pérdidas.

Depositar el cartucho con la alúmina dentro del recipiente de sifonado del sistema Soxhlet. Añadir aproximadamente 1 L de diclorometano en el matraz redondo.

Colocar el sistema Soxhlet, con el refrigerante conectado, sobre una manta calefactora a 50 °C.

Realizar la extracción Soxhlet durante 24 horas.

Ecurrir el diclorometano del cartucho de celulosa y dejar enfriar.

Depositar la alúmina sobre papel aluminio y dejar secar al aire dentro de una vitrina. Remover para favorecer el secado.

5.3.3.2. Activación y desactivación de alúmina con agua.

Proceder a la activación de la alúmina. Para ello se calienta la alúmina a 400 °C durante 24 horas. La alúmina debe estar completamente libre de disolvente orgánico antes de introducirla en la mufla.

Dejar enfriar la alúmina.

Proceder a la desactivación de la alúmina. Para ello pesar en un granatario la alúmina y añadir un 1% de agua desionizada (peso agua = peso alúmina x 0.01). Añadir el agua desionizada con una pipeta Pasteur sobre toda la superficie.

Agitar la alúmina vigorosamente para homogeneizar la mezcla.

Guardar la alúmina en una botella de vidrio dentro de un desecador.

5.3.4. Acondicionamiento de sílice.

5.3.4.1. Limpieza de sílice con disolventes orgánicos.

Colocar la sílice en un cartucho de celulosa (60 x 180 mm). Tapar con papel de filtro para evitar pérdidas.

Depositar el cartucho con la sílice dentro del recipiente de sifonado del sistema Soxhlet. Añadir aproximadamente 1 L de diclorometano en el matraz redondo.

Colocar el sistema Soxhlet, con el refrigerante conectado, sobre una manta calefactora a 50 °C.

Realizar la extracción Soxhlet durante 24 horas.

Ecurrir el diclorometano del cartucho de celulosa y dejar enfriar.

	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: DQUCxx
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de contaminantes orgánicos en sedimentos	Edición: 2011
		Página: 8 de 27

Depositar la sílice sobre papel aluminio y dejar secar al aire dentro de una vitrina. Remover para favorecer el secado.

5.3.4.2. Activación y desactivación de sílice con agua.

Proceder a la activación de la sílice. Para ello se calienta la sílice a 110 °C durante 24 horas. La sílice debe estar completamente libre de disolvente orgánico antes de introducirla en la estufa.

Dejar enfriar la sílice.

Proceder a la desactivación de la sílice. Para ello pesar en un granatario la sílice y añadir un 5% de agua desionizada (peso agua = peso sílice x 0.05). Añadir el agua desionizada con una pipeta Pasteur sobre toda la superficie.

Agitar la sílice vigorosamente para homogeneizar la mezcla.

Guardar la sílice en una botella de vidrio dentro de un desecador.

5.4. Conservación y mantenimiento de las muestras.

El laboratorio debe recibir las muestras de sedimento tamizadas y secas. Deben recibirse más de 5 gramos de muestra.

Las muestras se mantienen a -20 °C hasta realizar su análisis.

5.5. Tratamiento de la muestra.

5.5.1. Extracción.

Pesar aproximadamente 5 gramos del sedimento tamizado y seco.

Colocar el sedimento dentro de un tubo de centrifuga de 100 mL. Añadir una punta de espátula de sulfato sódico anhidro.

Realizar la extracción en un baño de ultrasonidos durante 10 minutos con 30 mL de diclorometano de calidad cromatográfica. Repetir la extracción empleando 20 y 15 mL de diclorometano. Para medir los volúmenes de disolvente emplear probetas de 25 y 50 mL.

Después de cada una de las tres extracciones se debe centrifugar la muestra a 2500 rpm durante 10 minutos.

Recoger el sobrenadante en un matraz de 250 mL. Emplear pipetas Pasteur para realizar el trasvase.

Después de la última extracción se lava el sedimento con diclorometano y se añade el disolvente tras el lavado al matraz anterior de 250 mL.

Desechar el sedimento según el apartado 5.12.

5.5.2. Limpieza de los extractos con cobre.

Añadir una punta de espátula del cobre suspendido en hexano (Preparado según el punto 5.3.2.).

Agitar enérgicamente la mezcla y dejar decantar durante 12 horas.

5.5.3. Concentración del extracto.

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: DQUCxx
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de contaminantes orgánicos en sedimentos	Edición: 2011
		Página: 9 de 27

Concentrar el extracto mediante un rotavapor (700 mmHg y 40 °C) hasta unos 2 mL.

Filtrar el extracto sobre un vial de 5 mL empleando filtros de PTFE. Lavar el cobre con diclorometano y filtrar el disolvente.

Concentrar el extracto bajo una corriente de nitrógeno casi hasta sequedad.

5.5.4. Purificación de los extractos.

5.5.4.1. Preparación de la columna de sílice/alúmina.

Colocar la columna de 300 x 10 mm en un soporte.

Llenar la columna de diclorometano.

Pesar 2.5 gramos de alúmina (Preparada según el punto 5.3.3) y agregarla lentamente en la columna. Abrir la llave y compactar para evitar la formación de burbujas de aire.

Pesar 5 gramos de sílice (Preparada según el punto 5.3.4) en un vaso de precipitados. Añadir diclorometano y agitar hasta que reaccione totalmente la sílice con el diclorometano (Dejan de aparecer burbujas de gas). Añadir la sílice mojada en la columna y dejarla compactar. Lavar bien todas las paredes con diclorometano.

Añadir aproximadamente 1 cm de sulfato sódico anhidro.

Eliminar el exceso de diclorometano con una pipeta Pasteur. Añadir 50 mL de hexano y dejar pasar por la columna para eliminar todo el diclorometano.

5.5.4.2. Procedimiento de purificación.

Depositar la muestra concentrada (aproximadamente 100 µL) en cabeza de columna, lavando el vial con la mínima cantidad de diclorometano. Abrir la llave de la columna y permitir que la muestra entre en la columna. Cuando toda la muestra esté dentro de la columna cerrar la llave.

Eluir con 70 mL de hexano. Depositar el eluyente con precaución para evitar romper el frente de la columna.

Recoger el eluato sobre un matraz de fondo redondo de 250 mL.

Cuando el disolvente llegue al frente de la columna añadir el segundo eluyente: 150 mL de una mezcla hexano / diclorometano 1:1. Para preparar este eluyente emplear probetas de 250 mL. Recoger el eluato en el mismo matraz que la primera fracción.

Concentrar el eluato en rotavapor (335 mmHg y 40 °C) hasta 1 mL.

Lavar con hexano y concentrar la muestra bajo una ligera corriente de nitrógeno casi hasta sequedad.

Disolver el extracto con 400 µL de hexano.

5.5.5. Análisis cromatográfico.

Para el análisis de las diferentes familias de compuestos se definen las condiciones óptimas de operación. En las Tablas 5-8 se presentan los métodos utilizados para el análisis de hidrocarburos alifáticos, hidrocarburos aromáticos policíclicos, bifenilos policlorados y pesticidas clorados.

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: DQUCxx	
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de contaminantes orgánicos en sedimentos		Edición: 2011
			Página: 11 de 27

Tabla 5: Condiciones óptimas de operación para el análisis de hidrocarburos alifáticos

Análisis compuestos alifáticos ALIFSIM-5		
Inyección	Separación cromatográfica	Detección
PTV (modo splitless) Volumen inyectado: 1 µL Repeticiones: 1 Intervalo tiempo: 0 s. <u>Programa de temperatura</u> T ₀ : 60 °C t ₀ : 0.5 min. 700 °C/min T ₁ : 350 °C t ₁ : 5 min.	Columna HP-5MS fenil metil silosano (30 m. ; 250 µm ; 0.25 µm) <u>Programa de Temperatura</u> T ₀ : 50 °C t ₀ : 0 min. 100 °C/min. T ₁ : 90 °C t ₁ : 5 min. 5 °C/min. T ₂ : 200 °C t ₂ : 0 min. 10 °C/min. T ₃ : 300 °C t ₃ : 23 min.	Espectrometría de masas Modo SIM <u>iones monitorizados</u> 57 ; 71 ; 85 ; 91

Tabla 6: Condiciones óptimas de operación para el análisis de PAHs

Análisis hidrocarburos aromáticos policíclicos PAHPTV		
Inyección	Separación cromatográfica	Detección
PTV (modo splitless) Volumen inyectado: 1 µL Repeticiones: 1 Intervalo tiempo: 0 s. <u>Programa de temperatura</u> T ₀ : 100 °C t ₀ : 0.1 min. 500 °C/min T ₁ : 350 °C t ₁ : 5 min.	Columna HP-5MS fenil metil silosano (30 m. ; 250 µm ; 0.25 µm) <u>Programa de Temperatura</u> T ₀ : 90 °C t ₀ : 5 min. 5 °C/min. T ₁ : 300 °C t ₁ : 13 min.	Espectrometría de masas Modo SIM <u>iones monitorizados</u> 128 ; 152 ; 154 ; 166 188 ; 202 ; 228 ; 252 276 ; 278

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: DQUCxx
	Edición: 2011	
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de contaminantes orgánicos en sedimentos	Página: 12 de 27

Tabla 7: Condiciones óptimas de operación para el análisis de bifenilos policlorados

Análisis bifenilos policlorados			PCBSIM					
Inyección			Separación cromatográfica			Detección		
PTV (modo splitless)			Columna HP-5MS fenil metil silosano			Espectrometría de masas		
Volumen inyectado: 1 µL	Repeticiones: 5	Intervalo tiempo: 0 s.	(30 m. ; 250 µm ; 0.25 µm)			Modo SIM		
<u>Programa de temperatura</u>			<u>Programa de Temperatura</u>			<u>iones monitorizados</u>		
	T ₀ : 100 °C	t ₀ : 0.1 min.		T ₀ : 90 °C	t ₀ : 1 min.	152 ; 188 ; 222 ; 228		
500 °C/min	T ₁ : 350 °C	t ₁ : 5 min.	20 °C/min.	T ₁ : 170 °C	t ₁ : 0 min.	258 ; 266 ; 290 ; 326		
			8 °C/min.	T ₂ : 280 °C	t ₂ : 6 min.	362 ; 396 ; 428 ; 464		
						498		

Tabla 8: Condiciones óptimas de operación para el análisis de pesticidas

Análisis de pesticidas clorados			PESTICIDASSIM					
Inyección			Separación cromatográfica			Detección		
PTV (modo splitless)			Columna HP-5MS fenil metil silosano			Espectrometría de masas		
Volumen inyectado: 1 µL	Repeticiones: 3	Intervalo tiempo: 0 s.	(30 m. ; 250 µm ; 0.25 µm)			Modo SIM		
<u>Programa de temperatura</u>			<u>Programa de Temperatura</u>			<u>iones monitorizados</u>		
	T ₀ : 110 °C	t ₀ : 0.1 min.		T ₀ : 100 °C	t ₀ : 4 min.	219 ; 188 ; 237 ; 263		
500 °C/min	T ₁ : 200 °C	t ₁ : 1 min.	8 °C/min.	T ₁ : 250 °C	t ₁ : 1 min.	272 ; 318 ; 345 ; 353		
			8 °C/min.	T ₂ : 290 °C	t ₂ : 0 min.	165 ; 272 ; 227 ; 317		

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: DQUCxx
	Edición: 2011	
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de contaminantes orgánicos en sedimentos	Página: 13 de 27

5.6. Condiciones de operación y calibrado.

La respuesta del detector de espectrometría de masas es lineal para los compuestos estudiados en el intervalo 0.05 – 3.5 µg·mL⁻¹. La calibración se basa en el análisis de 5-7 disoluciones de calibrado, preparadas según el apartado 5.3.1.3. Las disoluciones de calibrado se analizarán en las condiciones citadas en el apartado 5.5.5.

Para cada compuesto se representa la curva de respuesta del detector, relativo al patrón interno, frente a la masa de compuesto inyectado, a partir de la cual se deducirá la concentración de la sustancia de interés.

Las curvas de calibrado obtenidas, junto con los r² encontrados en el momento de la redacción de este procedimiento se indican en las Tablas 9-12.

Tabla 9: Rectas de calibrado para los hidrocarburos alifáticos

Compuesto	Tiempo de retención	Ordenada origen	Pendiente	Número puntos	Coefficiente correlación
C ₁₅	18,29	0,00092997	0,000073559	8	0,996608
C ₁₆	20,71	0,00237401	0,000069314	7	0,999078
Fitano	22,99	0,00065356	0,000080105	8	0,997286
C ₁₇	23,13	0,03729532	0,000103032	7	0,995273
Pristano	25,15	-0,00086841	0,000080997	8	0,998108
C ₁₈	25,34	0,00359881	0,000098564	8	0,996736
C ₁₉	27,19	0,00113507	0,000086327	7	0,997222
C ₂₀	29,03	0,00179251	0,000080751	7	0,997205
C ₂₁	30,39	0,00288498	0,000086505	7	0,997139
C ₂₂	31,59	0,00265478	0,000079376	7	0,996865
C ₂₃	32,65	0,0013531	0,000085152	6	0,996177
C ₂₄	33,61	0,00126388	0,000078315	7	0,995257
C ₂₅	34,5	4,4028E-05	0,000083944	7	0,993703
C ₂₆	35,33	-0,00127029	0,000074863	8	0,992281
C ₂₇	36,10	-0,00200421	0,000078391	6	0,992422
C ₂₈	36,85	-0,00254209	0,000067145	5	0,991476
C ₂₉	37,86	-0,00243145	0,000064376	7	0,992338
C ₃₀	38,31	-0,00224118	0,000049904	6	0,993954
C ₃₁	39,15	-0,00200679	0,000041215	5	0,995980
C ₃₂	40,12	-0,00124382	0,000028575	5	0,997173
C ₃₃	41,26	-0,00097454	0,000020028	5	0,999136
C ₃₄	42,60	-0,00055644	0,000014147	5	0,999995
C ₃₅	44,21	-0,00016719	0,000007735	5	0,999855
C ₃₆	46,15	0,00002107	0,000005165	5	0,994898
C ₃₇	48,50	0,0006099	0,000002883	5	0,991140
C ₃₈	51,34	0,00068947	0,000002188	5	0,992851
C ₃₉	54,74	0,00070671	0,000001398	5	0,990939
C ₄₀	58,91	0,00048502	0,000001496	5	0,992416

Patrón interno: tr 17,2 min.

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: DQUCxx
	Edición: 2011	
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de contaminantes orgánicos en sedimentos	Página: 14 de 27

Tabla 10: Rectas de calibrado para los PAHs

Compuesto	Tiempo retención	m/z	Ordenada origen	Pendiente	Número puntos	Coefficiente correlación
Naftaleno	9,22	128	0,047498	0,833911	8	0,999702
Acenaftileno	17,06	152	-0,009572	0,810552	8	0,999200
Acenafteno	17,99	154	-0,012725	0,536645	8	0,999844
Fluoreno	20,73	166	-0,016224	0,694954	8	0,999876
Fenantreno	25,29	178	-0,050492	0,957816	8	0,999401
Antraceno	25,55	178	-0,058604	1,274359	8	0,999565
Fluoranteno	31,21	202	-0,062852	1,403593	8	0,997987
Pireno	32,24	202	-0,064911	1,468472	8	0,998017
Benzo(a)antraceno	38,29	228	-0,129151	1,049395	8	0,998200
Criseno	38,49	228	-0,015070	1,349010	8	0,999228
Benzo(b)fluoranteno	43,35	252	-0,127030	0,993799	8	0,998185
Benzo(k)fluoranteno	43,44	252	-0,061504	1,373450	8	0,999536
Benzo(a)pireno	44,73	252	-0,074306	0,963823	8	0,999441
Indenopireno	49,33	276	-0,016438	0,596748	8	0,999318
Dibenzo(ah)antraceno	49,51	278	-0,026419	0,417468	8	0,998717
Benzo(ghi)perileno	50,45	276	-0,014999	0,672518	8	0,999804

Patrón interno: m/z 188 ; tr 25,18 min.

Tabla 11: Rectas de calibrado para los PCBs

Compuesto	Tiempo retención	m/z	Ordenada origen	Pendiente	Número puntos	Coefficiente correlación
PCB-1	7,16	152	-0,008568	0,000276	6	0,997910
PCB-7	8,81	222	-0,004346	0,000422	6	0,997662
PCB-30	9,73	258	-0,010845	0,000348	6	0,999094
PCB-50	11,02	290	-0,006181	0,000199	6	0,998189
PCB-97	14,35	326	-0,013623	0,000349	6	0,996059
PCB-143	15,44	362	-0,009511	0,000248	6	0,995268
PCB-183	16,94	396	-0,013026	0,000377	6	0,997994
PCB-202	17,52	428	-0,011596	0,000377	6	0,998405
PCB-207	19,88	464	-0,017006	0,000425	6	0,996376
PCB-209	22,30	498	-0,013782	0,000353	6	0,998024

Patrón interno: m/z 188 ; tr 10,73 min.

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: DQUCxx
	Edición: 2011	
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de contaminantes orgánicos en sedimentos	

Tabla 12: Rectas de calibrado para los Pesticidas

Compuesto	Tiempo retención	m/z	Ordenada origen	Pendiente	Número puntos	Coefficiente correlación
Aldrin	20.05	263	-0,0001573	0,0000333	6	0,9982510
a-BHC	16.25	219	-0,0022594	0,0001162	6	0,9988837
b-BHC		219				
d-BHC	18.03	219	-0,0025004	0,0000825	6	0,9992431
g-BHC	17.21	219	-0,0054488	0,0001310	6	0,9987476
4,4'-DDD	23.82	237	-0,0055351	0,0002808	6	0,9993606
4,4'-DDE	22.67	318	-0,0087152	0,0002630	6	0,9987683
4,4'-DDT	24.84	165	-0,0031076	0,0000263	6	0,9967304
Dieldrin	22.76	263	-0,0006698	0,0000467	6	0,9993209
Endosulfan I	22.10	237	-0,0003420	0,0000306	6	0,9991532
Endosulfan II	23.60	237	-0,0006184	0,0000228	6	0,9991849
Endosulfan sulfato	24.82	272	-0,0006644	0,0000453	6	0,9992355
Endrin	23.35	263	-0,0019765	0,0000347	6	0,9967538
Endrin aldehído	24.20	345	-0,0001719	0,0000168	6	0,9994400
Endrin cetona	26.12	317	-0,0008868	0,0000320	6	0,9994131
Heptaclor	19.17	272	-0,0073229	0,0000958	6	0,9987246
Heptaclor epoxido	21.16	353	-0,0013408	0,0001656	6	0,9981841
Metoxiclor	26.37	227	-0,0279709	0,0001243	6	0,9226560

Patrón interno: m/z 188 ; tr 17.60 min.

Los cromatogramas del patrón más concentrado de contaminantes orgánicos están reflejados en el Anexo II:

5.7. Análisis de la muestra.

Antes de efectuar el análisis de las muestras es necesario realizar la calibración del sistema según las condiciones óptimas de operación, citadas en el apartado 5.5.5.

Un blanco de disolvente es analizado antes de realizar cada análisis de muestra con el objetivo de verificar el correcto funcionamiento del equipo cromatográfico y la ausencia de contaminación.

La muestra se encuentra diluida en 400 µL de hexano. Dividir la muestra en cuatro fracciones de 100 µL cada una. Emplear para ello insertos de 200 µL.

Añadir 10 µL del patrón de 25 µg·mL⁻¹ de 1-clorododecano a una de las fracciones e inyectarla siguiendo el método ALIFSIM descrito en el apartado 5.5.5.

Añadir 10 µL del patrón de 10 µg·mL⁻¹ de Fenantreno D10 a las fracciones restantes. Inyectar las tres fracciones siguiendo los métodos PAHPTV, PCBSIM y PESTICIDASSIM descritos en el apartado 5.5.5.

Después del análisis de una familia de compuestos orgánica se inyectará un blanco de disolvente para eliminar los compuestos de alto peso molecular que quedan retenidos en la columna cromatográfica. La eliminación de estos compuestos evita posibles interferencias en posteriores análisis.

5.8. Cálculo de resultados.

La identificación cualitativa de las analitos de interés en el extracto de la muestra analizada por cromatografía de gases se basa en la comparación del tiempo de retención del mismo con el tiempo de retención promedio observado para cada analito en las disoluciones de calibración. Estos tiempos de retención promedio se han citado en el apartado 5.5.6.

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: DQUCxx
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de contaminantes orgánicos en sedimentos	Edición: 2011 Página: 16 de 27

La identificación cuantitativa de los analitos de interés en el extracto de la muestra se realiza a partir del área de los picos cromatográficos y las curvas de calibrado.

La concentración de un analito en el sedimento se reportará con dos cifras decimales como ng·g⁻¹ en peso seco. La expresión matemática para calcularla es:

$$[\text{Analito}]_{(\text{ng}\cdot\text{g}^{-1})} = \left(\frac{\text{Area analito corregida} - \text{Ordenada origen}}{\text{Pendiente}} \right) \times \frac{\text{Volumen alicuota}_{(\text{mL})}}{\text{Peso muestra}_{(\text{gramos})}} \times 1000$$

5.9. Control de calidad.

5.9.1. Límites de detección y cuantificación.

Preparar ocho alícuotas con la concentración más baja del calibrado (0.1 µg/mL para alcanos y 0.05 µg/mL para PAHs, PCBs y Pesticidas). Seguir el mismo procedimiento que el realizado en el apartado 5.3.1.3.

Analizar las 32 alícuotas de acuerdo al procedimiento descrito en el apartado 5.5.5.

Calcular la varianza (S) y la desviación estándar (s) de las réplicas realizadas para todos los compuestos de acuerdo a la siguiente expresión:

$$S^2 = \frac{1}{(n-1)} \left[\sum_{i=1}^n X_i^2 - \left(\frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n} \right)^2 \right]$$

$$s = \sqrt{S^2}$$

Calcular el LD y LQ del método de acuerdo a las siguientes expresiones.

$$LD = 3 \cdot s$$

$$LQ = 10 \cdot s$$

Los resultados obtenidos están reflejados en el Anexo III.

5.9.2. Intervalo dinámico lineal.

Los resultados obtenidos están reflejados en el Anexo III.

5.9.3. Precisión.

La repetibilidad es una medida de dispersión interna y estima los errores aleatorios del método. Un estimador de la precisión es la desviación típica relativa (RSD) que se define:

$$RDS\% = \frac{S_x}{\bar{X}} \cdot 100$$

Para calcular la RDS se analizan ocho alícuotas de cada muestra a una concentración de 1 mg/L.

En este procedimiento se evaluó la precisión analítica mediante el análisis de un blanco enriquecido y realizar un estudio de recuperación (Apartado 5.9.6.).

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: DQUCxx
	Edición: 2011	
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de contaminantes orgánicos en sedimentos	Página: 17 de 27

5.9.4. Exactitud.

La exactitud se evalúa mediante el cálculo del error relativo.

$$\varepsilon \% = \frac{\bar{x} - \mu}{\mu} \times 100$$

Calcular el error relativo para los PAHs, de acuerdo al procedimiento descrito en el apartado 5.9.5.

Los resultados obtenidos están reflejados en el Anexo III

5.9.5. Validación del método para el análisis de PAHs.

La validación de una metodología analítica implica el cálculo de los parámetros analíticos más importantes (Anexo III). Implica el análisis de materiales de referencia certificados, de características similares a las muestras analizadas.

El laboratorio dispone del material de referencia certificado LGC6140. Este material certifica la concentración de 6 PAHs en muestras de suelo.

Pesar 1 gramo del material de referencia certificado. Someterlo al tratamiento de muestra descrito en los apartados 5.5. a 5.8. Los resultados obtenidos están reflejados en la Tabla 13.

Tabla 13: Resultados del análisis del material de referencia LGC6140

Compuesto	Concentración certificada (mg/kg)	Concentración medida (mg/kg)
Acenafteno	0.8	0.7
Acenaftileno	10.7 ± 4	11.1
Benzo(k)fluoranteno	20 ± 6	15.3
Dibenzo(ah)antraceno	5	6.2
Fluoranteno	123 ± 36	100
Naftaleno	3.9 ± 0.5	3.5

5.9.6. Estudio de recuperación

Se prepara un blanco de laboratorio enriquecido para estimar la precisión analítica del método. Las concentraciones sembradas para cada una de las familias han sido de 0.5 mg/L para PCBs y 1 mg/L para alcanos, PAHs y PCBs.

Los blancos de laboratorio siguen todo el procedimiento de análisis descrito en los apartados 5.5 a 5.8.

Los resultados están reflejados en el Anexo III.

5.9.7. Interferencias.

A concentraciones bajas se produce la coelución de los siguientes hidrocarburos aromáticos policíclicos: BbF y BkF; fenantreno y antraceno; B(ghi)Pe e InPy.

	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: DQUCxx
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de contaminantes orgánicos en sedimentos	Edición: 2011
		Página: 18 de 27

5.10. Informe de resultados.

De forma general, el resultado final debe expresar las concentraciones de los analitos, con dos cifras decimales, en $\text{ng}\cdot\text{g}^{-1}$ de sedimento seco.

5.11. Normas de seguridad.

El personal debe disponer de equipos de protección individual cuando se encuentre en el laboratorio (bata laboratorio, guantes y gafas de seguridad). Emplear guantes de látex para proteger las manos y gafas de seguridad para proteger los ojos de los productos químicos. Emplear guantes contra los riesgos térmicos (Mufla, estufa y congelador).

Todo el tratamiento de muestra debe realizarse dentro de una vitrina.

Eliminar los residuos generados de acuerdo con el apartado 5.12.

5.12. Eliminación de residuos.

Los residuos se depositan en botellas, debidamente etiquetadas, suministradas por el personal especializado del CIEMAT como residuos orgánicos tóxicos y/o peligrosos.

Los residuos generados en cada muestra analizada son: 300 mL de disolventes orgánicos, 10-15 gramos de residuos sólidos incluyendo alúmina, sílice, sulfato sódico anhidro, cobre y sedimento.

5.13. Responsables.

Las muestras deben llegar al laboratorio en las condiciones descritas en el apartado 5.4.

Un titulado superior, licenciado en ciencias o equivalente, responsable del cumplimiento global del procedimiento y de la gestión de muestras dentro del laboratorio.

Un analista instrumentista con formación de FP II o equivalente, responsable de las labores de recepción y análisis de las muestras.

6.- ARCHIVO Y CONSERVACIÓN DE LA DOCUMENTACIÓN

Este documento estará disponible en la Unidad de Cromatografía junto con los diferentes procedimientos de análisis. Asimismo estará disponible en el Gabinete de Calidad de la División de Química del CIEMAT:

7.- DOCUMENTACIÓN COMPLEMENTARIA

No procede.

8.- DOCUMENTACIÓN QUE SUSTITUYE

No procede.

9.- ÁREAS DE DISTRIBUCIÓN

Unidad de Cromatografía y Gabinete de Calidad de la División de Química del CIEMAT.

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: DQUCxx
	Edición: 2011	
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de contaminantes orgánicos en sedimentos	Página: 19 de 27

10.- ANEXOS

ANEXO I (Patrones originales)

Hydrocarburos alifáticos (DRH-FTRPH, AccuStandard)

Analito	CAS#	Concentración
n-Octano	111-65-9	493.1 ± 20.06 (µg/mL)
n-Nonano	111-84-2	490.0 ± 20.00 (µg/mL)
n-Decano	124-18-5	498.5 ± 20.04 (µg/mL)
n-Undecano	1120-21-4	497.7 ± 20.01 (µg/mL)
n-Dodecano	112-40-3	499.2 ± 20.05 (µg/mL)
n-Tridecano	629-50-5	499.1 ± 20.08 (µg/mL)
n-Tetradecano	629-59-4	497.2 ± 20.01 (µg/mL)
n-Pentadecano	629-62-9	503.6 ± 20.14 (µg/mL)
n-Hexadecano	544-76-3	497.6 ± 20.02 (µg/mL)
n-Heptadecano	629-78-7	500.6 ± 20.04 (µg/mL)
n-Octadecano	593-45-3	500.2 ± 20.01 (µg/mL)
n-Nonadecano	629-92-5	502.3 ± 20.09 (µg/mL)
n-Eicosano	112-95-8	501.8 ± 20.07 (µg/mL)
n-Heneicosano	629-94-7	500.3 ± 20.46 (µg/mL)
n-Docosano	629-97-0	499.6 ± 20.06 (µg/mL)
n-Tricosano	638-67-5	500.6 ± 20.02 (µg/mL)
n-Tetracosano	646-31-1	499.7 ± 20.01 (µg/mL)
n-Pentacosano	629-99-2	500.3 ± 20.01 (µg/mL)
n-Hexacosano	630-01-3	490.8 ± 20.03 (µg/mL)
n-Heptacosano	593-49-7	501.9 ± 20.08 (µg/mL)
n-Octacosano	630-02-4	500.2 ± 20.05 (µg/mL)
n-Nonacosano	630-03-5	501.6 ± 20.56 (µg/mL)
n-Triacontano	638-68-6	498.4 ± 20.02 (µg/mL)
n-Hentriacontano	630-04-6	501.3 ± 20.54 (µg/mL)
n-Dotriacontano	544-85-4	501.0 ± 20.04 (µg/mL)
n-Tritriacontano	630-05-7	501.6 ± 20.10 (µg/mL)
n-Tetratriacontano	14167-59-0	498.5 ± 20.04 (µg/mL)
n-Pentatriacontano	630-07-9	502.1 ± 21.92 (µg/mL)
n-Hexatriacontano	630-06-8	495.2 ± 20.05 (µg/mL)
n-Heptatriacontano	7194-84-5	501.2 ± 20.09 (µg/mL)
n-Octatriacontano	7194-85-6	491.6 ± 20.02 (µg/mL)
n-Nonatriacontano	7194-86-7	499.2 ± 20.09 (µg/mL)
n-Tetracontano	4181-95-7	500.4 ± 20.81 (µg/mL)
Pristano	1921-70-6	502.9 ± 21.09 (µg/mL)
Fitano	638-36-8	495.4 ± 20.10 (µg/mL)

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: DQUCxx
	Edición: 2011	
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de contaminantes orgánicos en sedimentos	

Hidrocarburos aromáticos policíclicos (PAH-Mix 9, Dr. Ehrenstorfer)

<i>Analito</i>	<i>CAS#</i>	<i>Concentración</i>
Acenafteno	000083-32-9	100 ± 1 (µg/mL)
Acenaftileno	000208-96-8	100 ± 1 (µg/mL)
Antraceno	000120-12-7	100 ± 1 (µg/mL)
Benzo(a)antraceno	000056-55-3	100 ± 1 (µg/mL)
Benzo(b)fluoranteno	000205-99-2	100 ± 1 (µg/mL)
Benzo(k)fluoranteno	000207-08-9	100 ± 1 (µg/mL)
Benzo(ghi)perileno	000191-24-2	100 ± 1 (µg/mL)
Benzo(a)pireno	000050-32-8	100 ± 1 (µg/mL)
Criseno	000218-01-9	100 ± 1 (µg/mL)
Dibenzo(ah)antraceno	000053-70-3	100 ± 1 (µg/mL)
Fluoranteno	000206-44-0	100 ± 1 (µg/mL)
Fluoreno	000086-73-7	100 ± 1 (µg/mL)
Indeno(123-cd)pireno	000193-39-5	100 ± 1 (µg/mL)
Naftaleno	000091-20-3	100 ± 1 (µg/mL)
Fenantreno	000085-01-8	100 ± 1 (µg/mL)
Pireno	000129-00-0	100 ± 1 (µg/mL)

Bifenilos policlorados (Dr. Ehrenstorfer)

<i>Analito</i>	<i>CAS#</i>	<i>Concentración</i>
PCB-1	2051-60-7	10 (µg/mL)
PCB-7	33284-50-3	10 (µg/mL)
PCB-30	35693-92-6	10 (µg/mL)
PCB-50	62796-65-0	10 (µg/mL)
PCB-97	41464-51-1	10 (µg/mL)
PCB-143	68194-15-0	10 (µg/mL)
PCB-183	52663-69-1	10 (µg/mL)
PCB-202	2136-99-4	10 (µg/mL)
PCB-207	52663-79-3	10 (µg/mL)
PCB-209	2051-24-3	10 (µg/mL)

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: DQUCxx
	Edición: 2011	
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de contaminantes orgánicos en sedimentos	Página: 21 de 27

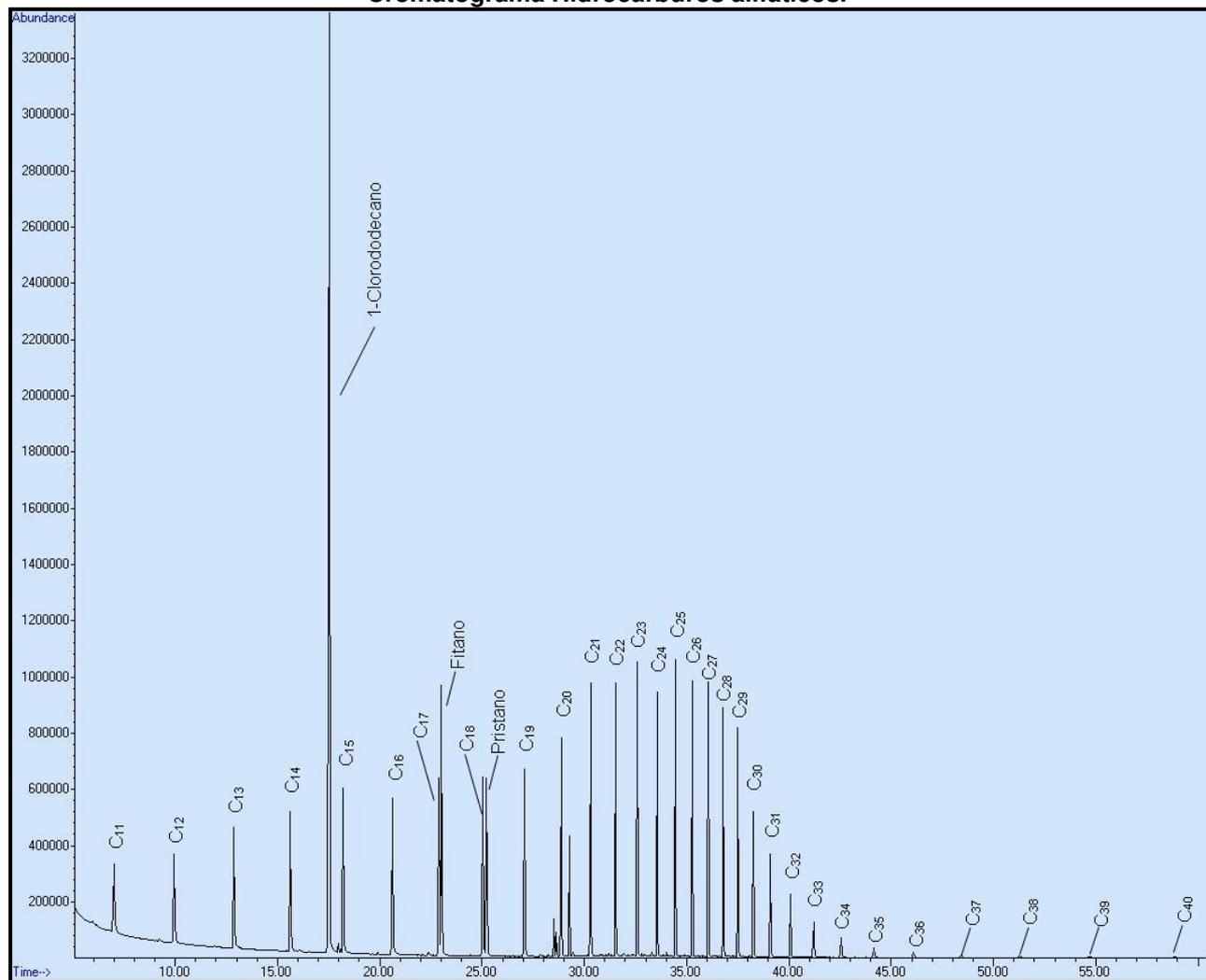
Pesticidas clorados (EPA Method 617/8080/8250/8270 - Analytes)

<i>Analito</i>	<i>CAS#</i>	<i>Concentración</i>
Aldrin	00309-00-2	2000 (µg/mL)
Alfa-BHC	00319-84-6	2000 (µg/mL)
Beta-BHC	00319-85-7	2000 (µg/mL)
Delta-BHC	00319-86-8	2000 (µg/mL)
Gamma-BHC	00058-89-9	2000 (µg/mL)
4,4'-DDD	00072-54-8	2000 (µg/mL)
4,4'-DDE	00072-55-9	2000 (µg/mL)
4,4'-DDT	00050-29-3	2000 (µg/mL)
Dieldrin	00060-57-1	2000 (µg/mL)
Endosulfan I	00959-98-8	2000 (µg/mL)
Endosulfan II	33213-65-9	2000 (µg/mL)
Endosulfan sulfato	01031-07-8	2000 (µg/mL)
Endrin	00072-20-8	2000 (µg/mL)
Endrin aldehído	07421-93-4	2000 (µg/mL)
Endrin cetona	53494-70-5	2000 (µg/mL)
Heptaclor	00076-44-8	2000 (µg/mL)
Heptaclor epoxido	01024-57-3	2000 (µg/mL)
Metoxiclor	00072-43-5	2000 (µg/mL)

 <p>Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas</p>	<p>DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)</p>	<p>Código: DQUCxx</p>
	<p>TIPO PROCEDIMIENTO</p> <p>Determinación de contaminantes orgánicos en sedimentos</p>	<p>Edición: 2011</p>
		<p>Página: 22 de 27</p>

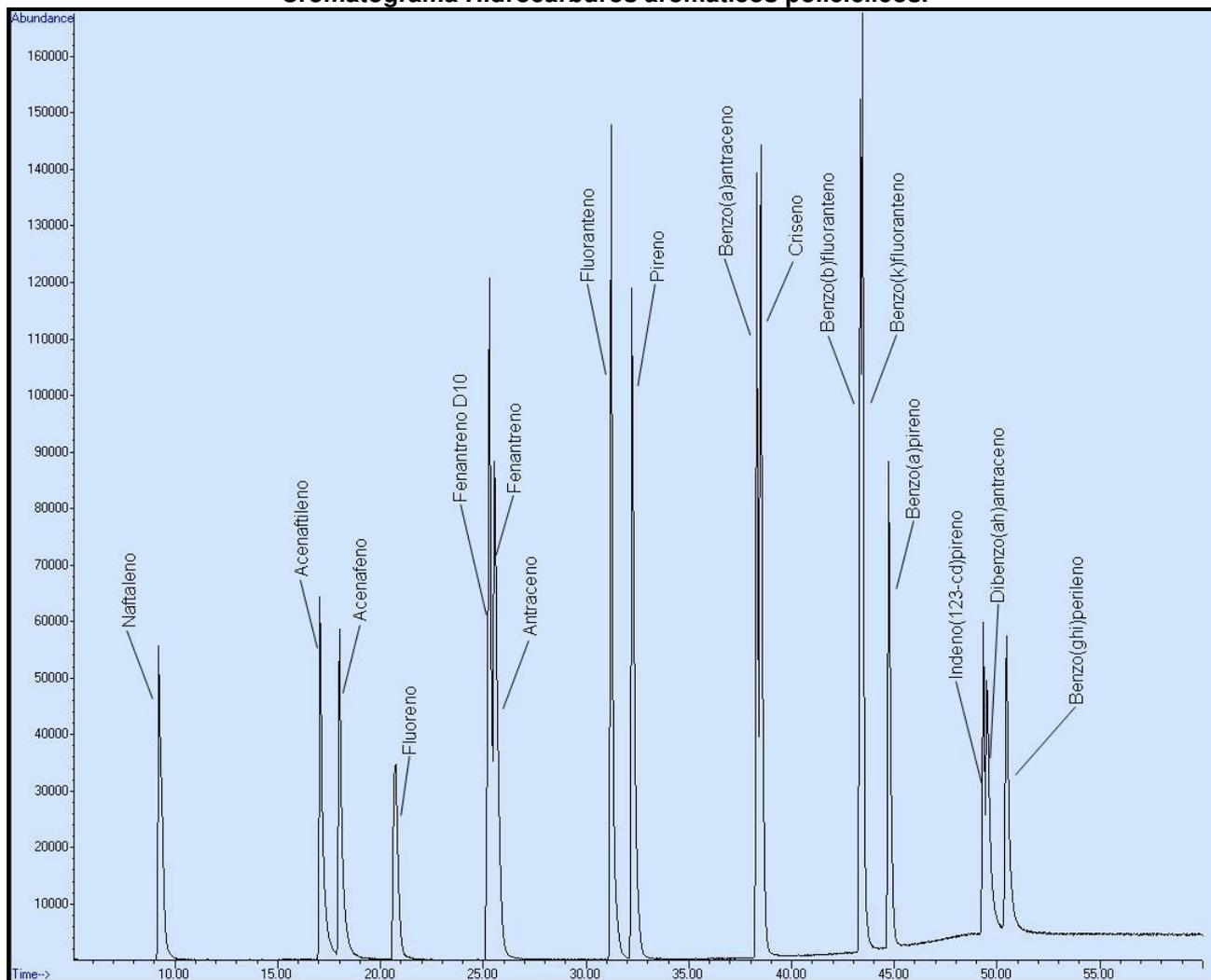
ANEXO II (Cromatogramas)

Cromatograma Hidrocarburos alifáticos.



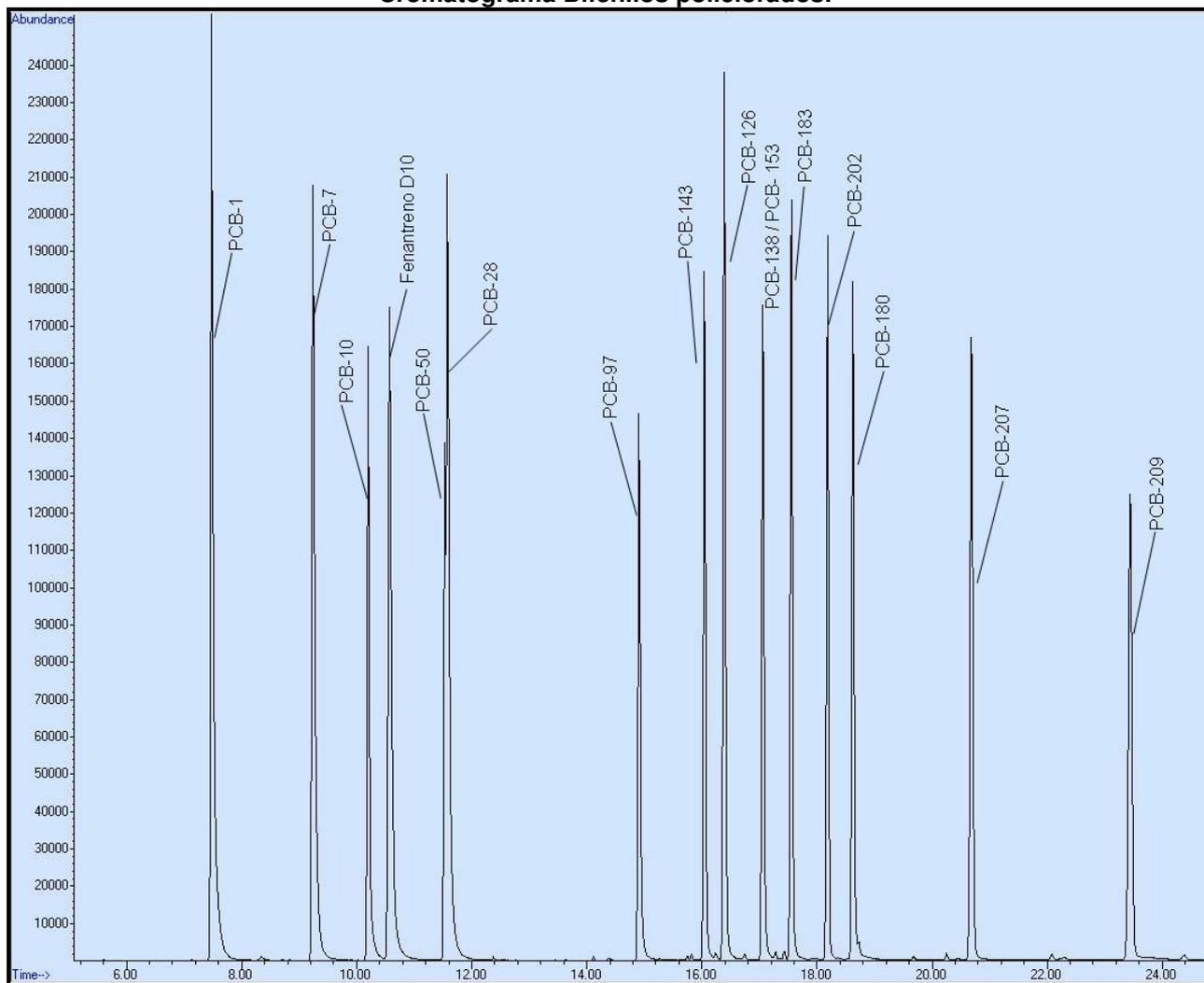
 <p>Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas</p>	<p>DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)</p>	<p>Código: DQUCxx</p>
	<p>TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de contaminantes orgánicos en sedimentos</p>	<p>Edición: 2011</p>

Cromatograma Hidrocarburos aromáticos policíclicos.



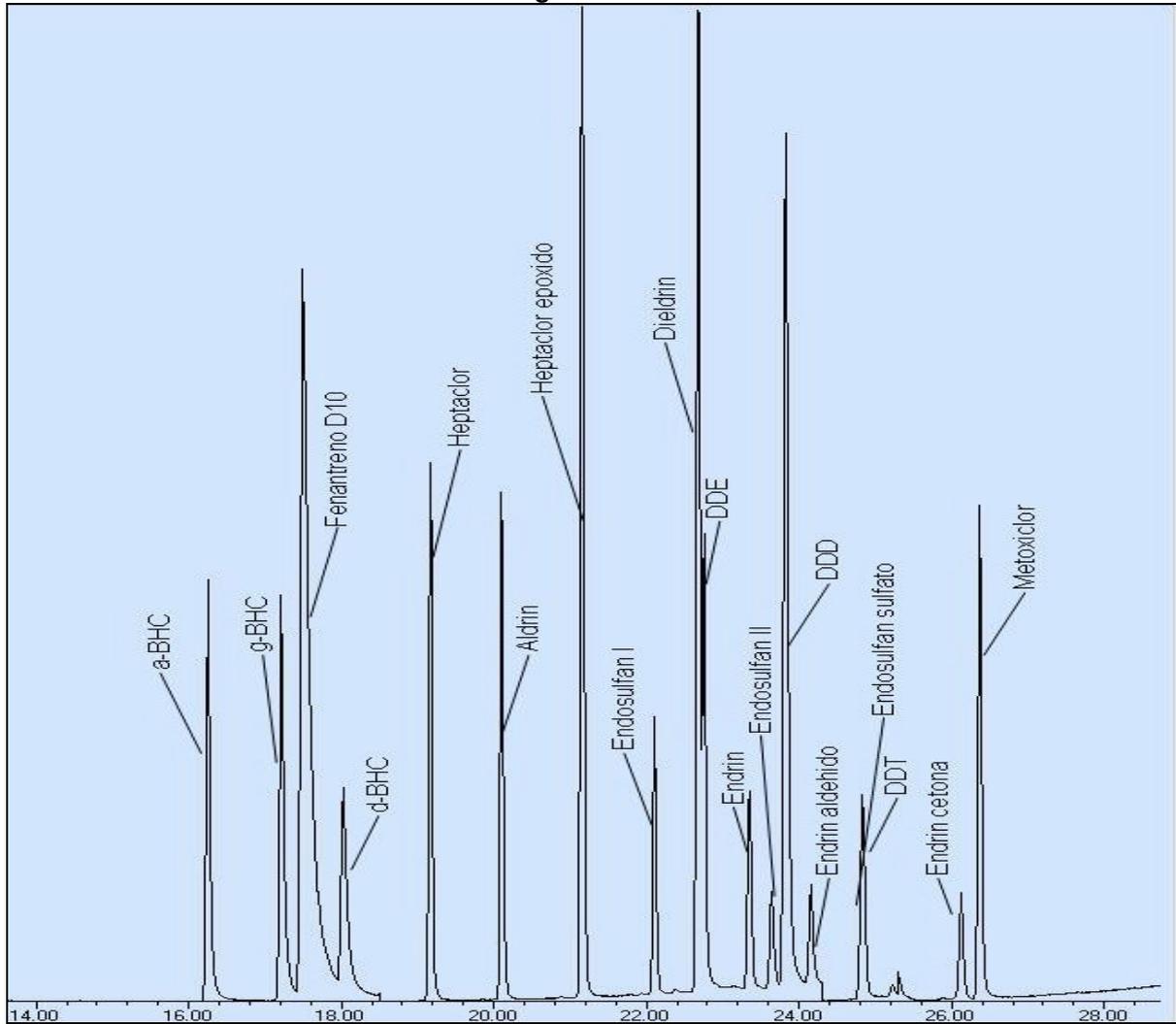
 Ciemat Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: DQUCxx
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de contaminantes orgánicos en sedimentos	Edición: 2011
		Página: 24 de 27

Cromatograma Bifenilos policlorados.



 <p>Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas</p>	<p>DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)</p>	<p>Código: DQUCxx</p>
	<p>TIPO PROCEDIMIENTO</p>	<p>Edición: 2011</p>
	<p>Determinación de contaminantes orgánicos en sedimentos</p>	<p>Página: 25 de 27</p>

Cromatograma Pesticidas.



 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: DQUCxx
	Edición: 2011	
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de contaminantes orgánicos en sedimentos	Página: 26 de 27

ANEXO III. (Control de calidad)

Analito	LD (ng·g ⁻¹)	LQ (ng·g ⁻¹)	Intervalo (µg·mL ⁻¹)	RDS (%)	ε (%)
n-Pentadecano	0,12	0,42	0,1 – 2,0	67	-
n-Hexadecano	0,10	0,30	0,1 – 2,0	77	-
n-Heptadecano	0,10	0,32	0,1 – 2,0	72	-
n-Octadecano	0,14	0,46	0,1 – 2,0	76	-
n-Nonadecano	0,14	0,48	0,1 – 2,0	87	-
n-Eicosano	0,18	0,66	0,1 – 2,0	89	-
n-Heneicosano	0,30	0,98	0,1 – 2,0	86	-
n-Docosano	0,30	0,98	0,1 – 2,0	89	-
n-Tricosano	0,32	1,08	0,1 – 2,0	88	-
n-Tetracosano	0,26	0,84	0,1 – 2,0	89	-
n-Pentacosano	0,26	0,84	0,1 – 2,0	90	-
n-Hexacosano	0,26	0,90	0,1 – 2,0	90	-
n-Heptacosano	0,26	0,86	0,1 – 2,0	88	-
n-Octacosano	0,26	0,90	0,1 – 2,0	88	-
n-Nonacosano	0,26	0,88	0,1 – 2,0	88	-
n-Triacontano	0,24	0,80	0,1 – 2,0	85	-
n-Hentriacontano	0,26	0,86	0,1 – 2,0	87	-
n-Dotriacontano	0,22	0,76	0,1 – 2,0	84	-
n-Tritriacontano	0,24	0,80	0,1 – 2,0	83	-
n-Tetratriacontano	0,24	0,82	0,1 – 2,0	107	-
n-Pentatriacontano	0,26	0,88	0,1 – 2,0	84	-
n-Hexatriacontano	0,26	0,86	0,1 – 2,0	83	-
n-Heptatriacontano	0,30	0,96	0,1 – 2,0	83	-
n-Octatriacontano	0,34	1,18	0,1 – 2,0	81	-
n-Nonatriacontano	0,38	1,26	0,1 – 2,0	79	-
n-Tetracontano	0,42	1,42	0,1 – 2,0	77	-
Pristano	0,10	0,32	0,1 – 2,0	84	-
Fitano	0,10	0,30	0,1 – 2,0	87	-
Acenafteno	0,50	1,63	0,05 – 3,5	115	12
Acenaftileno	0,03	0,08	0,05 – 3,5	126	4
Antraceno	0,35	1,18	0,05 – 3,5	85	-
Benzo(a)antraceno	*	*	0,05 – 3,5	107	-
Benzo(b)fluoranteno	*	*	0,05 – 3,5	105	-
Benzo(k)fluoranteno	0,28	0,90	0,05 – 3,5	104	2
Benzo(ghi)perileno	0,38	1,23	0,05 – 3,5	123	-
Benzo(a)pireno	0,55	1,80	0,05 – 3,5	118	-
Criseno	0,40	1,33	0,05 – 3,5	95	-
Dibenzo(ah)antraceno	0,38	1,23	0,05 – 3,5	108	19
Fluoranteno	0,15	0,53	0,05 – 3,5	108	18
Fluoreno	0,23	0,73	0,05 – 3,5	78	-
Indeno(123-cd)pireno	*	*	0,05 – 3,5	117	-
Naftaleno	0,25	0,83	0,05 – 3,5	98	10
Fenantreno	*	*	0,05 – 3,5	119	-
Pireno	0,30	1,00	0,05 – 3,5	111	-

* Superior a 0.25 µg/mL

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: DQUCxx
	Edición: 2011	
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de contaminantes orgánicos en sedimentos	Página: 27 de 27

Analito	LD (ng·g⁻¹)	LQ (ng·g⁻¹)	Intervalo (µg·mL⁻¹)	RDS (%)	ε (%)
PCB-1	<1,25	<1,25	0,050 – 1,0	85	-
PCB-7	<1,25	<1,25	0,050 – 1,0	85	-
PCB-30	<1,25	<1,25	0,050 – 1,0	89	-
PCB-50	<1,25	<1,25	0,050 – 1,0	125	-
PCB-97	<1,25	<1,25	0,050 – 1,0	103	-
PCB-143	<1,25	<1,25	0,050 – 1,0	130	-
PCB-183	<1,25	<1,25	0,050 – 1,0	110	-
PCB-202	<1,25	<1,25	0,050 – 1,0	108	-
PCB-207	<1,25	<1,25	0,050 – 1,0	107	-
PCB-209	<1,25	<1,25	0,050 – 1,0	109	-
Aldrin	0,68	2,25	0,050 – 2,0	110	-
a-BHC	0,38	1,23	0,050 – 2,0	53	-
b-BHC	0,45	1,53	0,050 – 2,0	-	-
d-BHC	0,53	1,80	0,050 – 2,0	104	-
g-BHC (Lindano)	1,08	3,63	0,050 – 2,0	116	-
4,4'-DDD	0,75	2,50	0,050 – 2,0	121	-
4,4'-DDE	0,68	2,23	0,050 – 2,0	104	-
4,4'-DDT	0,85	2,90	0,050 – 2,0	118	-
Dieldrin	0,98	3,25	0,050 – 2,0	115	-
Endosulfan I	1,00	3,35	0,050 – 2,0	104	-
Endosulfan II	0,73	2,45	0,050 – 2,0	118	-
Endosulfan sulfato	0,98	3,28	0,050 – 2,0	106	-
Endrin	0,70	2,35	0,050 – 2,0	125	-
Endrin aldehído	0,35	1,15	0,050 – 2,0	115	-
Endrin cetona	0,88	1,58	0,050 – 2,0	124	-
Heptaclor	0,48	1,58	0,050 – 2,0	124	-
Heptaclor epoxido	0,93	3,08	0,050 – 2,0	116	-
Metoxiclor	0,48	1,58	0,050 – 2,0	-	-