

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: Edición: 2011
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de compuestos orgánicos en las fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10} del aerosol atmosférico	Página: 1 de 35

INDICE

- 1.- OBJETO**
- 2.- CAMPO DE APLICACIÓN**
- 3.- DOCUMENTACIÓN DE REFERENCIA**
- 4.- DEFINICIONES**
- 5.- DESCRIPCIÓN**
 - 5.1.- Principio del método
 - 5.2.- Instrumentación, materiales y reactivos
 - 5.3.- Preparación de patrones y reactivos
 - 5.3.1.- Patrones
 - 5.3.1.1.- Patrones internos
 - 5.3.1.2.- Patrones primarios
 - 5.3.1.3.- Disoluciones de calibrado
 - 5.3.2.- Disolventes orgánicos
 - 5.3.3.- Acondicionamiento de sílice
 - 5.4.- Conservación y mantenimiento de las muestras
 - 5.5.- Procedimientos de limpieza
 - 5.5.1.- Limpieza sistema extracción microondas
 - 5.6.- Tratamiento de la muestra
 - 5.6.1.- Extracción
 - 5.6.2.- Concentración del extracto
 - 5.6.3.- Fraccionamiento de los extractos
 - 5.6.4.- Derivatización
 - 5.7.- Análisis cromatográfico
 - 5.7.1.- Condiciones de operación
 - 5.7.2.- Calibrados
 - 5.8.- Cálculo de resultados
 - 5.9.- Control de calidad
 - 5.10.- Informe de resultados
 - 5.11.- Normas de seguridad
 - 5.12.- Eliminación de los residuos
 - 5.13.- Responsables
- 6.- ARCHIVO Y CONSERVACIÓN DE LA DOCUMENTACIÓN**
- 7.- DOCUMENTACIÓN COMPLEMENTARIA**
- 8.- DOCUMENTACIÓN QUE SUSTITUYE**
- 9.- ÁREAS DE DISTRIBUCIÓN**
- 10.- ANEXOS**

MODIFICACIONES RESPECTO A LA EDICIÓN ANTERIOR

Elaborado:	Revisado:	Aprobado:
Oscar Pindado Jiménez		
Fecha: 16 / 03 / 2011	Fecha:	Fecha:

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: Edición: 2011
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de compuestos orgánicos en las fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10} del aerosol atmosférico	Página: 2 de 35

1.- OBJETO

Efectuar la determinación de los compuestos orgánicos (hidrocarburos alifáticos, hidrocarburos aromáticos policíclicos, alcoholes y ácidos) presentes en muestras de material particulado correspondientes a las fracciones PM₁-PM_{2.5} y PM_{2.5}-PM₁₀.

2.- CAMPO DE APLICACIÓN

Este procedimiento es aplicable a la determinación, en muestras de PM₁-PM_{2.5} y PM_{2.5}-PM₁₀, de las siguientes familias de compuestos orgánicos: hidrocarburos alifáticos, hidrocarburos aromáticos policíclicos, alcoholes y ácidos carboxílicos.

3.- DOCUMENTACIÓN DE REFERENCIA

Desarrollo de metodologías para la determinación de componentes orgánicos del aerosol atmosférico. Oscar Pindado y colaboradores. Informe Técnico CIEMAT, 1090, septiembre 2006.

Caracterización de la fracción orgánica del aerosol atmosférico en una zona rural de Madrid mediante el empleo de técnicas cromatográficas. Tesis doctoral Oscar Pindado Jiménez. UCM, 2009.

4.- DEFINICIONES

BSTFA: Reactivo derivatizante N,O-bis (trimetilsilil) trifluoroacetamida.

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.

Compuestos orgánicos: Hidrocarburos alifáticos (AHs), hidrocarburos alifáticos policíclicos (PAHs), alcoholes de cadena lineal y ácidos carboxílicos.

Derivatización: Reacción química por la cual se cambia la estructura de un analito con el fin de aumentar su volatilidad.

Equipo de Protección Individual (EPI): Dispositivo destinado para 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.

	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: Edición: 2011
	TIPO PROCEDIMIENTO	
	Determinación de compuestos orgánicos en las fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10} del aerosol atmosférico	

Interferencia: Sustancia presente en la muestra que altera el valor correcto de los analitos de interés.

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: Es la 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: Es la 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.

PM₁-PM_{2.5}: Partículas atmosféricas con diámetro aerodinámico comprendido entre 1 y 2.5 µm.

PM_{2.5}-PM₁₀: Partículas atmosféricas con diámetro aerodinámico comprendido entre 2.5 y 10 µm.

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

PTFE: Polímero politetrafluoretileno.

SOA: Aerosol orgánico secundario.

5.- DESCRIPCIÓN

5.1. Principio del método.

El objetivo del método es la determinación de diferentes compuestos orgánicos en muestras de material particulado en las fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10}. El método se basa en la extracción con microondas de los analitos de interés empleando disolventes

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: Edición: 2011
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de compuestos orgánicos en las fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10} del aerosol atmosférico	Página: 4 de 35

orgánicos. Los extractos son concentrados para a continuación realizar una etapa de fraccionamiento mediante cromatografía en columna. Los extractos fraccionados son analizados mediante la técnica de cromatografía de gases acoplada a la espectrometría de masas.

Los compuestos orgánicos cuantificados en este método son los siguientes:

Hydrocarburos alifáticos (AHs): hidrocarburos alifáticos de cadena lineal comprendidos entre el compuesto de 11 átomos de carbono y el de 40 átomos de carbono. Además de han cuantificado dos hidrocarburos alifáticos ramificados como son el fitano y el pristano.

Hydrocarburos aromáticos policíclicos (PAHs): Los 16 hidrocarburos aromáticos policíclicos catalogados como prioritarios por la Environmental Protection Agency (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).

Alcoholes: Alcoholes de cadena lineal comprendidos entre el compuesto de 12 átomos de carbono y el de 30 átomos de carbono.

Ácidos: Ácidos carboxílicos de cadena lineal comprendidos entre el compuesto de 12 átomos de carbono y el de 30 átomos de carbono. Además se han cuantificado tres ácidos insaturados (ácidos linoleico, oleico y palmitoleico), un ácido dicarboxílico (ácido azelaico), y cuatro constituyentes del SOA (levoglucosan y los ácidos pínico, pinónico y norpinónico).

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.

Cromatografía de gases Fisons 8000 acoplado a un detector de espectrometría de masas Fisons MD 800 con inyector automático Fisons AS 800.

Sistema de Microondas Ethos Sel.

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: Edición: 2011
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de compuestos orgánicos en las fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10} del aerosol atmosférico	Página: 5 de 35

Rotavapor.

Balanza analítica.

Granatario.

Estufa.

Agitador vortex.

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 siloxano).

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 (10 cm x 1 cm Ø interno).

Soporte para columnas.

Desecadores.

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

Filtros PTFE de 0.2 µm.

Matraz aforado de 10 y 100 mL.

Matraces de 100 mL para concentración.

Probetas de 25, 50, 100 y 250 mL.

Vasos de precipitados.

Pipetas Pasteur.

Viales de vidrio de 1, 5 y 10 mL.

Insertos para viales de 100 µL.

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: Edición: 2011
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de compuestos orgánicos en las fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10} del aerosol atmosférico	Página: 6 de 35

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

Agitadores magnéticos.

Papel aluminio.

Teflón.

Lana de vidrio.

5.2.3. Patrones y reactivos.

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

Fenantreno deuterado D₁₀ (10 mg·L⁻¹ en ciclohexano), utilizado como patrón interno (Dr. Ehrenstorfer GmbH).

Ácido palmítico deuterado D₃₁, utilizado como patrón interno (Isotec).

Patrón de alcanos DRH-FTRPH-SET: Disolución de 500 mg·L⁻¹ en hexano (Sigma Aldrich).

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

Alcoholes de cadena lineal C₆-C₂₂ (Accustandart, Inc).

Ácidos grasos de cadena lineal C₆-C₂₄ (Aldrich chemical company. Referencia 28.851-4).

Ácidos azelaico, linoleico, palmítico y oleico al 99.0 % (Fluka).

Levoglucosan, ácidos pinico, pinónico y norpinónico (Aldrich).

BSTFA; N,O-bis (trimetilsilil) trifluoroacetamida (Supelco).

Material de referencia certificado (SRM 1649a). PAHs en polvo urbano.

Diclorometano, hexano, metanol, acetonitrilo, acetato de etilo e isooctano de calidad cromatográfica.

Ácido fórmico.

Sílice (Granulometría 0.063 – 0.210 mm).

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: Edición: 2011
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de compuestos orgánicos en las fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10} del aerosol atmosférico	Página: 7 de 35

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 250 mg·L⁻¹ en hexano. Para ello se pesan 0.025 g de 1-clorododecano puro y se diluyen con 100 mL de hexano en un matraz aforado. A partir de esta disolución se prepara una disolución de 10 mg·L⁻¹ en hexano, que se utilizará como patrón interno.

Se emplea como patrón interno la disolución de Fenantreno D₁₀ de 10 mg·L⁻¹ en ciclohexano.

El patrón interno de ácido palmítico deuterado se prepara a partir del compuesto puro en estado sólido. Se prepara una disolución de 100 mg·L⁻¹ en diclorometano. Para ello se pesan 0.0025 gramos del compuesto puro y se diluye con 25 mL de diclorometano en un matraz aforado. A partir de esta disolución se prepara una disolución de 10 mg·L⁻¹ en diclorometano, que se utilizará como patrón interno.

5.3.1.2. Patrones primarios.

Patrón de alcanos de 25 mg·L⁻¹ en hexano. Para ello se toman 50 µL del patrón DRH-FTRPH-SET de 500 mg·L⁻¹ y se diluye con 1 mL de hexano.

Patrón de PAHs de 10 mg·L⁻¹ en hexano. Se toman 100 µL del patrón PAH-Mix9 del 100 mg·L⁻¹ y se diluye con 900 µL de hexano.

Patrón de alcoholes (C₁₂-C₁₆, C₁₈, C₂₀, C₂₂) de 100 mg·L⁻¹ en diclorometano. Para ello se pesa 0.0025 gramos de cada compuesto individualmente y se diluye con 25 mL de diclorometano.

Patrón de ácidos carboxílicos (C₁₂-C₂₄) de 100 mg·L⁻¹ en diclorometano. Para ello se pesa 0.0025 gramos de cada compuesto individualmente y se diluye con 25 mL de diclorometano.

	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: Edición: 2011
	TIPO PROCEDIMIENTO	
	Determinación de compuestos orgánicos en las fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10} del aerosol atmosférico	Página: 8 de 35

Patrón de ácidos difuncionalizados (pínico, pinónico, norpinónico, linoleico, oleico, palmitoleico, azelaico y levoglucosan) de 100 mg·L⁻¹ en diclorometano. Para ello se pesa 0.0025 gramos de cada compuesto y se diluye con 25 mL de diclorometano.

Las concentraciones de cada uno de los analitos presentes en los patrones originales están reflejadas en el Anexo I.

5.3.1.3. Disoluciones de calibrado.

Se preparan disoluciones de 10 mg·L⁻¹ de alcoholes y ácidos a partir de los patrones primarios. Para ello se toman 100 µL de los patrones primarios y se les añade 900 µL de diclorometano.

Se preparan disoluciones intermedias de 1 mg·L⁻¹ y 100 µg·L⁻¹ de cada uno de los patrones a partir de las disoluciones de 10 mg·L⁻¹. Para ello se toman 100 µL del patrón de 10 mg·L⁻¹ y se le añade 900 µL de diclorometano para obtener el patrón de 1 mg·L⁻¹, y a partir de este se hace una dilución para obtener el patrón de 100 µg·L⁻¹.

A partir de los patrones de 10 mg·L⁻¹, 1 mg·L⁻¹ y 100 µg·L⁻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: Edición: 2011
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de compuestos orgánicos en las fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10} del aerosol atmosférico	
	Página: 9 de 35	

Tabla 1: Disoluciones de calibración de Alcanos.

Concentración (mg·L ⁻¹)	Volumen			
	Patrón alcanos	1-clorododecano (10 mg·L ⁻¹)	Hexano	Total
5	20 µL patrón 25 mg·L ⁻¹	10 µL	70 µL	100 µL
2.5	10 µL patrón 25 mg·L	10 µL	80 µL	100 µL
1	4 µL patrón 25 mg·L	10 µL	86 µL	100 µL
0.5	50 µL patrón 1 mg·L ⁻¹	10 µL	40 µL	100 µL
0.25	25 µL patrón 1 mg·L	10 µL	65 µL	100 µL
0.1	10 µL patrón 1 mg·L	10 µL	80 µL	100 µL
0.05	50 µL patrón 100 µg·L ⁻¹	10 µL	40 µL	100 µL
0.025	25 µL patrón 100 µg·L ⁻¹	10 µL	65 µL	100 µL

Tabla 2: Disoluciones de calibración de PAHs.

Concentración (µg·L ⁻¹)	Volumen			
	Patrón PAHs	Fenantreno D10 (10 mg·L ⁻¹)	Hexano	Total
2000	20 µL patrón 10 mg·L ⁻¹	10 µL	70 µL	100 µL
1000	10 µL patrón 10 mg·L ⁻¹	10 µL	80 µL	100 µL
500	50 µL patrón 1 mg·L ⁻¹	10 µL	40 µL	100 µL
250	25 µL patrón 1 mg·L ⁻¹	10 µL	65 µL	100 µL
100	10 µL patrón 1 mg·L ⁻¹	10 µL	80 µL	100 µL
50	50 µL patrón 100 µg·L ⁻¹	10 µL	40 µL	100 µL
25	25 µL patrón 100 µg·L ⁻¹	10 µL	65 µL	100 µL
10	10 µL patrón 100 µg·L ⁻¹	10 µL	80 µL	100 µL

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: Edición: 2011
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de compuestos orgánicos en las fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10} del aerosol atmosférico	
	Página: 10 de 35	

Tabla 3: Disoluciones de calibración de alcoholes.

Concentración (mg·L ⁻¹)	Volumen	
	Patrón alcoholes	Palmítico D ₃₁ (10 mg·L ⁻¹)
25	250 µL patrón 100 mg·L ⁻¹	10 µL
15	150 µL patrón 100 mg·L ⁻¹	10 µL
10	100 µL patrón 10 mg·L ⁻¹	10 µL
7.5	75 µL patrón 10 mg·L ⁻¹	10 µL
5	50 µL patrón 10 mg·L ⁻¹	10 µL
2.5	25 µL patrón 10 mg·L ⁻¹	10 µL
1	100 µL patrón 1 mg·L ⁻¹	10 µL
0.5	50 µL patrón 1 mg·L ⁻¹	10 µL

Tabla 4: Disoluciones de calibración de ácidos.

Concentración (mg·L ⁻¹)	Volumen	
	Patrón ácidos	Palmítico D ₃₁ (100 mg·L ⁻¹)
25	250 µL patrón 100 mg·L ⁻¹	50 µL
15	150 µL patrón 100 mg·L ⁻¹	50 µL
10	100 µL patrón 10 mg·L ⁻¹	50 µL
7.5	75 µL patrón 10 mg·L ⁻¹	50 µL
5	50 µL patrón 10 mg·L ⁻¹	50 µL
2.5	25 µL patrón 10 mg·L ⁻¹	50 µL
1	100 µL patrón 1 mg·L ⁻¹	50 µL
0.5	50 µL patrón 1 mg·L ⁻¹	50 µL

	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: Edición: 2011
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de compuestos orgánicos en las fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10} del aerosol atmosférico	Página: 11 de 35

Las disoluciones de calibración deben ser analizadas de acuerdo al punto 5.7 de este procedimiento. Las disoluciones de alcoholes y ácidos deben ser derivatizadas de acuerdo al punto 5.6.4.

5.3.2. Disolventes orgánicos

Se prepara una mezcla de diclorometano/acetona (3:1) para emplearla como medio extractante. El volumen de mezcla a preparar será en función del número de muestras a analizar (se utilizan unos 30 mL por muestra).

Además, son necesarios 10 mL por muestra de las siguientes mezclas:

Hexano/diclorometano (4:1).

Hexano/acetato de etilo (4:1).

Ácido fórmico/MeOH (5%).

5.3.3. Acondicionamiento de sílice.

5.3.3.1. 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 de fondo redondo.

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

Realizar la extracción Soxhlet durante 24 horas.

Escurrir el diclorometano del cartucho de celulosa y dejar enfriar.

Depositar la sílice sobre papel aluminio y dejar secar al aire dentro de una vitrina durante 1 hora removiendo cada 15 minutos para favorecer el secado.

5.3.3.2. Activación y desactivación de sílice con agua.

Para la activación de la sílice se calienta la sílice obtenida en el apartado 5.3.3.1 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.

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: Edición: 2011
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de compuestos orgánicos en las fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10} del aerosol atmosférico	Página: 12 de 35

Proceder a la desactivación de la sílice. Para ello pesar en un granatario la sílice y añadir el 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 material particulado perfectamente cerradas en papel de aluminio. Las muestras se mantienen a -20 °C hasta realizar su análisis.

5.5. Procedimientos de limpieza.

Dado que la cantidad de muestra de material particulado es muy pequeña, las concentraciones finales de los analitos son muy bajas. Con el objetivo de disminuir la señal de fondo y evitar contaminaciones cruzadas, es imprescindible y fundamental realizar una metodología de lavado minuciosa.

Todo el material de laboratorio empleado en este procedimiento debe ser lavado y acondicionado con disolventes orgánicos antes de emplearlo.

El sistema de evaporación con corriente de nitrógeno debe ser lavado antes y después de emplearse. Para ello, las partes metálicas se introducen en acetona y se lavan en un baño de ultrasonidos durante 15 minutos.

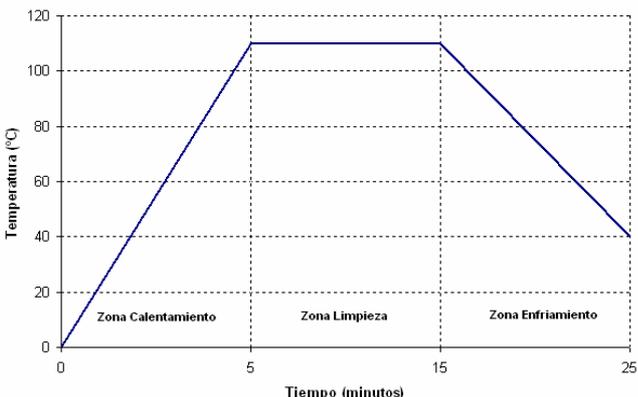
 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: Edición: 2011
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de compuestos orgánicos en las fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10} del aerosol atmosférico	
	Página: 13 de 35	

5.5.1. Limpieza sistema extracción microondas.

Los recipientes de teflón del sistema de extracción por microondas deben estar siempre completamente limpios. Deben someterse a una etapa de lavado con acetona antes y después de cada uso.

Se añaden 10 mL de acetona a cada recipiente de teflón con su agitador. Una vez perfectamente cerrados se realiza el siguiente programa de limpieza (Tabla 6).

Tabla 6: Características del programa de limpieza

Nombre programa				
Limpieza acetona				
Potencia M.O.	Tiempo	Temp (°C)	Agitación	QP limit
650 W	25 minutos	110	50 %	50 %
Programa extracción				
				

Una vez están fríos los recipientes de Teflón, se eliminan los 10 mL acetona y se aclaran con acetona limpia. Conservar los recipientes cerrados hasta su empleo.

Después de la extracción, los recipientes de Teflón se dejarán sumergidos en agua con lejía durante 24 horas. A continuación se lavarán con agua y jabón.

5.6. Tratamiento de la muestra.

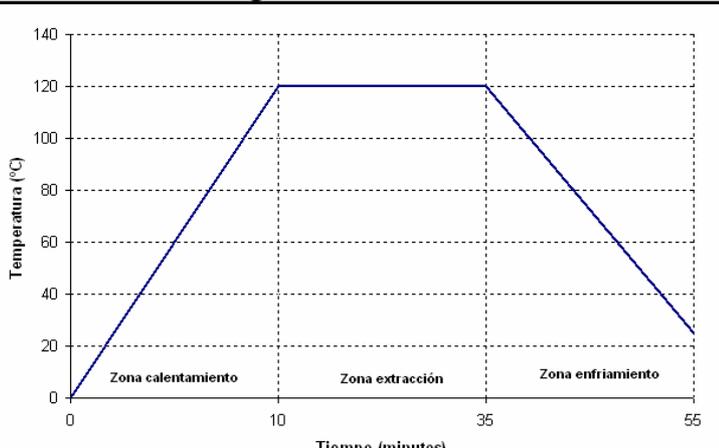
5.6.1. Extracción

Se introducen los filtros cuarteados dentro de los reactores de Teflón del microondas. Se añade el agitador y 20 mL de la mezcla diclorometano/acetona (3:1).

El programa de extracción de microondas se incluye en la Tabla 7.

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: Edición: 2011
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de compuestos orgánicos en las fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10} del aerosol atmosférico	
	Página: 14 de 35	

Tabla 7: Características de la extracción por microondas.

Nombre programa				
Filtros Aerosol				
Potencia M.O.	Tiempo	Temp (°C)	Agitación	QP limit
1000 W	35 minutos	25 minutos	50 %	50 %
Programa extracción				
				

5.6.2. Concentración del extracto.

Las muestras un vez enfriadas se transvasan a un matraz de 100 mL y se concentran en rotavapor hasta 1-2 mL.

A continuación se filtra el extracto sobre un vial de 5 mL empleando filtros de PTFE de 0.2 µm.

Finalmente se concentra con una ligera corriente de N₂ hasta los 50 µL.

5.6.3. Fraccionamiento de los extractos.

Se coloca la columna de 10 cm x 1 cm sobre un soporte y se añade lana de vidrio.

Se pesan 1.5 gramos de sílice (preparada según el punto 5.3.3) en un granatario y se introducen en la columna. Ésta debe ser compactada perfectamente.

Se depositan 50 µL de la muestra en la parte superior de la columna.

Se agrega lentamente el primer eluyente consistente en 3 mL de hexano. El eluato se recoge en un matraz de 5 mL (marcado a los 3 mL).

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: Edición: 2011
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de compuestos orgánicos en las fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10} del aerosol atmosférico	Página: 15 de 35

Cuando el primer eluyente alcance el frente de la columna se añadirá el segundo eluyente consistente en 10 mL de la mezcla hexano/diclorometano (4:1). El eluato se recoge en viales de 10 mL.

Cuando el segundo eluyente alcance el frente de la columna se añadirá el tercer eluyente consistente en 10 mL de la mezcla hexano/acetato de etilo (4:1). El eluato se recoge en viales de 10 mL.

Cuando el tercer eluyente alcance el frente de la columna se añadirá el último eluyente, 10 mL de la mezcla ácido fórmico/MeOH (5 %). El eluato se recoge en viales de 10 mL.

Las fracciones se concentran bajo corriente de nitrógeno casi hasta sequedad.

Añadir 10 µL de 1-clorododecano (10 mg·L⁻¹) a la primera fracción y llevar a 100 µL de hexano.

Añadir 10 µL de fenatreno D10 (10 mg·L⁻¹) a la segunda fracción y llevar a 100 µL de hexano.

Las fracciones tercera y cuarta se mantienen para seguir el procedimiento mostrado en el apartado 5.6.4.

5.6.4. Derivatización.

La tercera y cuarta fracción se llevan a sequedad completamente. La derivatización se realiza en los insertos de 100 µL, por lo que es imprescindible transvasar completamente la muestra, para ello se lava con diclorometano.

Añadir 10 µL de ácido palmítico deuterado 10 mg·L⁻¹ y llevar a sequedad.

Añadir por este orden: 50 µL BSTFA y 100 µL de isooctano.

Agitar la mezcla de reacción durante 1 minuto en un agitador vortex.

Calentar la mezcla de reacción durante 1 hora a 80 °C.

Dejar enfriar la mezcla y concentrar hasta sequedad con corriente de nitrógeno.

Reconstituir la muestra con 100 µL de isooctano.

5.7. Análisis cromatográfico.

5.7.1. Condiciones de operación.

Para el análisis de las diferentes familias de compuestos se definen las condiciones óptimas de operación. En las Tablas 8-10 se presentan los métodos utilizados para el análisis de hidrocarburos alifáticos, hidrocarburos aromáticos policíclicos, alcoholes y ácidos.

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: Edición: 2011
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de compuestos orgánicos en las fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10} del aerosol atmosférico	
	Página: 16 de 35	

Tabla 8: Condiciones óptimas de operación para el análisis de hidrocarburos alifáticos

Análisis compuestos alifáticos		
Equipo: Agilent		Método: ALIFSIM-5
Inyección	Separación cromatográfica	Detección
PTV (modo splitless) Volumen inyectado: 1 µL 5 repeticiones consecutivas <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 9: Condiciones óptimas de operación para el análisis de PAHs

Análisis hidrocarburos aromáticos policíclicos		
Equipo: Agilent		Método: PAHATM
Inyección	Separación cromatográfica	Detección
PTV (modo splitless) Volumen inyectado: 2 µL 5 repeticiones consecutivas <u>Programa de temperatura</u> T ₀ : 90 °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 : 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: Edición: 2011
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de compuestos orgánicos en las fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10} del aerosol atmosférico	
	Página: 17 de 35	

Tabla 10: Condiciones óptimas de operación para el análisis de alcoholes y ácidos

Análisis de alcoholes y ácidos Equipo: Fisons Método: POLASIM								
Inyección	Separación cromatográfica	Detección						
Splitless Volumen inyectado: 1 µL 1 repetición	Columna HP-5MS fenil metil silosano (30 m. ; 250 µm ; 0.25 µm) <u>Programa de Temperatura</u> <table style="width: 100%; border: none;"> <tr> <td style="width: 50%; text-align: right;">T₀: 90 °C</td> <td style="width: 50%; text-align: left;">t₀: 0 min.</td> </tr> <tr> <td style="text-align: right;">10 °C/min. T₁: 150 °C</td> <td style="text-align: left;">t₁: 0 min.</td> </tr> <tr> <td style="text-align: right;">5 °C/min. T₁: 290 °C</td> <td style="text-align: left;">t₁: 5 min.</td> </tr> </table>	T ₀ : 90 °C	t ₀ : 0 min.	10 °C/min. T ₁ : 150 °C	t ₁ : 0 min.	5 °C/min. T ₁ : 290 °C	t ₁ : 5 min.	Espectrometría de masas Modo SIM <u>Iones monitorizados</u> 103 ; 117 ; 157 ; 171 ; 204 ; 311 ; 317 ; 337 ; 339 ; 344
T ₀ : 90 °C	t ₀ : 0 min.							
10 °C/min. T ₁ : 150 °C	t ₁ : 0 min.							
5 °C/min. T ₁ : 290 °C	t ₁ : 5 min.							

5.7.2. Calibrados.

La respuesta del detector de espectrometría de masas es lineal para los compuestos estudiados en los intervalos estudiados. La calibración se basa en el análisis de 8 disoluciones de calibrado, preparadas según el apartado 5.3.1.3. Las disoluciones de calibrado se analizarán en las condiciones citadas en el apartado 5.7.1.

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 11-14.

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA	Código:
	DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Edición: 2011
	TIPO PROCEDIMIENTO	Página: 18 de 35
	Determinación de compuestos orgánicos en las fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10} del aerosol atmosférico	

Tabla 11: Rectas de calibrado para los hidrocarburos alifáticos

Compuesto	Tiempo retención	Ordenada origen	Pendiente	Coefficiente correlación
C ₁₁	7,078	0,031	0,564	0,997
C ₁₂	10,042	0,027	0,688	0,9990
C ₁₃	13,060	-0,050	1,343	0,998
C ₁₄	15,944	-0,055	1,506	0,998
C ₁₅	18,656	-0,076	1,695	0,998
C ₁₆	21,203	-0,085	1,910	0,998
C ₁₇	23,602	-0,092	2,080	0,998
Pristano	23,752	-0,097	2,221	0,998
C ₁₈	25,872	-0,072	2,199	0,998
Fitano	26,085	-0,084	2,388	0,998
C ₁₉	28,006	-0,066	2,223	0,998
C ₂₀	29,760	-0,040	2,219	0,9990
C ₂₁	31,212	-0,003	1,964	0,9990
C ₂₂	32,465	0,016	1,616	0,9990
C ₂₃	33,580	-0,007	1,444	0,998
C ₂₄	34,594	-0,008	1,343	0,998
C ₂₅	35,529	-0,016	1,267	0,998
C ₂₆	36,404	-0,005	1,251	0,9990
C ₂₇	37,229	-0,005	1,163	0,9990
C ₂₈	38,040	0,003	1,091	0,9990
C ₂₉	38,920	0,007	1,003	0,9990
C ₃₀	39,902	-0,004	0,939	0,998
C ₃₁	41,026	-0,015	0,849	0,998
C ₃₂	42,338	-0,026	0,824	0,997
C ₃₃	43,891	-0,037	0,778	0,997
C ₃₄	45,743	-0,043	0,750	0,997
C ₃₅	47,971	-0,047	0,706	0,996
C ₃₆	50,662	-0,065	0,641	0,995
C ₃₇	53,921	-0,050	0,639	0,997
C ₃₈	57,875	-0,049	0,597	0,997
C ₃₉	62,681	-0,078	0,598	0,995
C ₄₀	68,526	-0,087	0,548	0,993

Patrón interno: tr 17.892 min.

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA	Código:
	DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Edición: 2011
	TIPO PROCEDIMIENTO	Página: 19 de 35
	Determinación de compuestos orgánicos en las fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10} del aerosol atmosférico	

Tabla 12: Rectas de calibrado para los PAHs

Compuesto	m/z	Tiempo retención	Ordenada origen	Pendiente	Coefficiente correlación
Naftaleno	128	10.110	0.0032	$4.30 \cdot 10^{-04}$	0,998
Acenafileno	152	17.855	-0.0120	$6.51 \cdot 10^{-04}$	0,998
Acenafteno	154	18.812	-0.0021	$4.23 \cdot 10^{-04}$	0,998
Fluoreno	166	21.372	-0.0088	$6.18 \cdot 10^{-04}$	0,9990
Fenantreno	178	26.099	0.0035	$9.42 \cdot 10^{-04}$	0,9990
Antraceno	178	26.325	-0.0053	$1.01 \cdot 10^{-03}$	0,9990
Fluoranteno	202	32.072	-0.0142	$1.09 \cdot 10^{-03}$	0,998
Pireno	202	33.120	-0.0020	$1.11 \cdot 10^{-03}$	0,998
Benzo(a)antraceno	228	39.206	0.0018	$1.09 \cdot 10^{-03}$	0,997
Criseno	228	39.400	0.0150	$1.02 \cdot 10^{-03}$	0,997
Benzo(b)fluoranteno	252	44.278	0.0153	$1.09 \cdot 10^{-03}$	0,997
Benzo(k)fluoranteno	252	44.447	0.0286	$1.09 \cdot 10^{-03}$	0,996
Benzo(a)pireno	252	45.628	0.0223	$9.60 \cdot 10^{-04}$	0,997
Indenopireno	276	50.480	-0.0038	$9.85 \cdot 10^{-04}$	0,9990
Dibenzo(ah)antraceno	278	50.663	0.0139	$9.94 \cdot 10^{-04}$	0,998
Benzo(ghi)perileno	276	51.737	0.0196	$9.37 \cdot 10^{-04}$	0,998

Patrón interno: m/z 188; tr 25.983 min.

Tabla 13: Rectas de calibrado para los alcoholes

Compuesto	Tiempo retención	Ordenada origen	Pendiente	Coefficiente correlación
C ₁₂	15.091	-0.077	0.1412	0.995
C ₁₃	17.107	0.026	0.2276	0.9995
C ₁₄	19.129	0.053	0.2241	0.9993
C ₁₅	21.156	0.069	0.2534	0.9998
C ₁₆	23.145	0.071	0.2032	0.9997
C ₁₈	26.962	0.136	0.2266	0.997
C ₂₀	30.522	0.088	0.1869	0.998
C ₂₂	33.832	0.093	0.1528	0.9990

Patrón interno: tr 24.335 min

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: Edición: 2011
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de compuestos orgánicos en las fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10} del aerosol atmosférico	
	Página: 20 de 35	

Tabla 14: Rectas de calibrado para los ácidos

Compuesto	Tiempo retención	Ordenada origen	Pendiente	Coefficiente correlación
C ₁₀	12.908	-0.182	0.138	0.96
C ₁₁	14.807	-0.612	0.429	0.995
C ₁₂	16.800	-0.253	0.437	0.998
C ₁₃	18.839	-0.013	0.529	0.9998
C ₁₄	20.869	0.243	0.577	0.9992
C ₁₅	22.882	0.128	0.515	0.9992
C ₁₆	24.835	0.541	0.528	0.998
C ₁₇	26.730	0.250	0.462	0.997
C ₁₈	28.558	0.590	0.465	0.995
C ₁₉	30.326	0.450	0.399	0.994
C ₂₀	32.029	0.449	0.338	0.993
C ₂₁	33.667	0.473	0.287	0.991
C ₂₂	35.251	0.143	0.352	0.996
C ₂₃	36.777	0.106	0.257	0.996
C ₂₄	38.317	0.117	0.263	0.995
Pinónico	14.302	-0.272	0.188	0.98
Norpinónico	17.088	-0.083	0.229	0.9995
Pínico	14.874	-0.174	0.221	0.98
Levoglucosan	17.727	-0.061	0.035	0.96
Azelaico	19.764	-0.062	0.201	0.9992
Palmitoleico	24.420	0.119	0.143	0.998
Linoleico	27.955	0.051	0.087	0.9990
Oleico	28.072	0.127	0.158	0.998

Patrón interno: tr 24.335 min

Los cromatogramas del patrón más concentrado están reflejados en el Anexo II.

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 5.7.2.

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: Edición: 2011
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de compuestos orgánicos en las fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10} del aerosol atmosférico	Página: 21 de 35

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 masa de un analito en la fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10} se reportará sin cifras decimales como ng de analito por filtro. La expresión matemática para calcularla es:

$$[\text{Analito}]_{(\text{ng-filtro}^{-1})} = \left(\frac{\text{Area analito corregida} - \text{Ordenada origen}}{\text{Pendiente}} \right) \times \text{Volumen alícuota}_{(\text{mL})} \times 1000$$

5.9. Control de calidad.

5.9.1. Límites de detección y cuantificación.

Se prepararon seis alícuotas de 50 µg·L⁻¹ para alcanos y PAHs, 500 µg·L⁻¹ para alcoholes y ácidos, siguiendo el mismo procedimiento del apartado 5.3.1.3.

Se analizar las 24 alícuotas de acuerdo al procedimiento descrito en el apartado 5.7.

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

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

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

El cálculo del LD y LQ del método se llevaron a cabo 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.

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: Edición: 2011
	TIPO PROCEDIMIENTO	
	Determinación de compuestos orgánicos en las fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10} del aerosol atmosférico	Página: 22 de 35

Es la zona del calibrado en la que la respuesta analítica es directamente proporcional a la concentración de analito. Los resultados obtenidos para todos los compuestos están recogidos 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 seis alícuotas a una concentración de 50 µg·L⁻¹ (alcanos y PAHs) y de 500 µg·L⁻¹ (alcoholes y ácidos). Los resultados obtenidos están reflejados en el Anexo III.

5.9.4. Exactitud.

La exactitud se evalúa mediante el cálculo del error relativo.

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

Se calcula 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.

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

El laboratorio dispone de un material de referencia certificado SRM1649a de polvo urbano. Este material certifica la concentración de 10 PAHs en muestras de material particulado.

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: Edición: 2011
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de compuestos orgánicos en las fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10} del aerosol atmosférico	
	Página: 23 de 35	

Se pesa 0.1 gramo del material de referencia certificada y se somete al tratamiento de muestra descrito en los apartados 5.7 – 5.8. Los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 15.

Compuesto	Conc. certificada SRM 1649a (mg/Kg)	Conc. medida (mg/Kg)
Fenantreno	4.14 ± 0.37	3.9 ± 0.8
Antraceno	0.432 ± 0.082	0.43 ± 0.05
Fluoranteno	6.45 ± 0.18	5.4 ± 0.8
Pireno	5.29 ± 0.25	5.4 ± 0.9
B(a)A	2.208 ± 0.073	1.9 ± 0.3
Criseno	3.049 ± 0.060	2.5 ± 0.5
B(b)F	6.45 ± 0.64	4.9 ± 0.9
B(k)F	1.913 ± 0.031	1.5 ± 0.3
B(a)P	2.509 ± 0.087	2.0 ± 0.3
In(123cd)Py	3.18 ± 0.72	2.8 ± 0.5

5.9.6. Interferencias.

No se han detectado

5.10. Informe de resultados.

De forma general, la concentración final de los analitos se debe expresar con dos cifras significativas; en ng-filtro⁻¹ para alcanos, PAHs, alcoholes y ácidos.

5.11. Normas de seguridad.

El personal debe estar equipado con equipos de protección individual cuando se encuentre en el laboratorio (bata de laboratorio, guantes y gafas de seguridad).

Emplear los guantes de látex para proteger las manos y las gafas de seguridad para proteger los ojos de los productos químicos.

Emplear guantes contra los riesgos térmicos cuando se manipulen objetos calientes.

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

Eliminar los residuos generados de acuerdo con el apartado 5.12.

5.12. Eliminación de los residuos.

	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: Edición: 2011
	TIPO PROCEDIMIENTO	
	Determinación de compuestos orgánicos en las fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10} del aerosol atmosférico	Página: 24 de 35

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: 60 mL de disolventes orgánicos, 2-3 gramos de residuos sólidos incluyendo sílice, filtros de fibra de cuarzo.

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 muestras dentro del laboratorio.

Un analista instrumental 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.

10.- ANEXOS

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: Edición: 2011
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de compuestos orgánicos en las fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10} del aerosol atmosférico	
	Página: 25 de 35	

ANEXO I (Patrones originales)

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

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

Alcoholes de cadena lineal (Kit 121CX, Accustandard)

Analito	CAS #	Pureza
1-Dodecanol	112-53-8	99.3 %
1-Tridecanol	112-70-9	97.0 %
1-Tetradecanol	112-72-1	97.0 %
1-Pentadecanol	629-76-5	99.0 %
1-Hexadecanol	36653-82-4	97.5 %
1-Octadecanol	112-92-5	99.0 %
1-Eicosanol	72018-22-5	99.0 %
1-Docosanol	15594-90-8	99.0 %

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: Edición: 2011
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de compuestos orgánicos en las fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10} del aerosol atmosférico	
	Página: 26 de 35	

Hidrocarburos alifáticos (DRH-FTRPH, AccuStandard)

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

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: Edición: 2011
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de compuestos orgánicos en las fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10} del aerosol atmosférico	
	Página: 27 de 35	

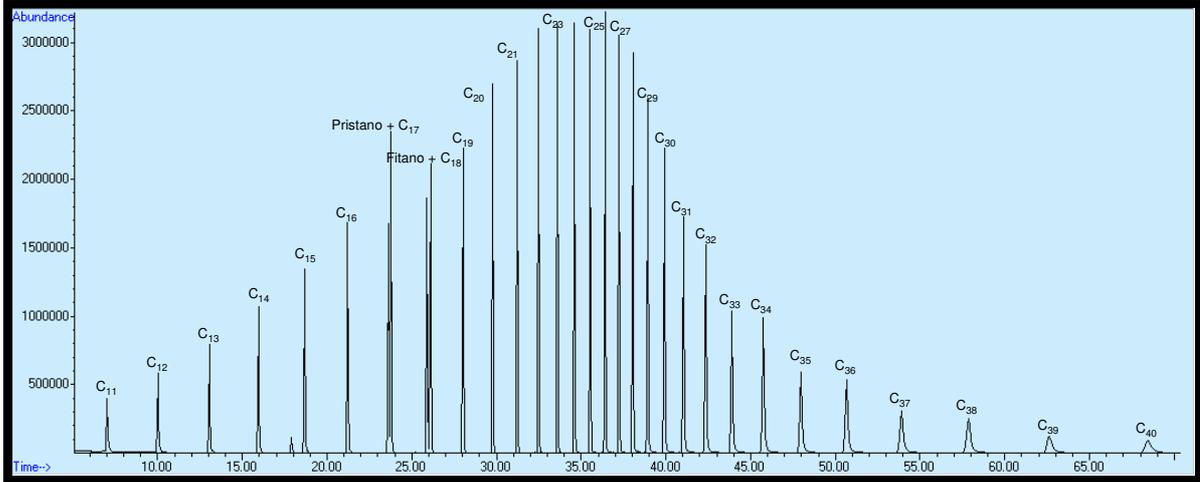
Ácidos carboxílicos de cadena lineal (Nº catalogo 29,851-4, Sigma Aldrich)

<i>Analito</i>	<i>CAS #</i>	<i>Pureza</i>
Ácido 1-Decanoico	334-48-5	99.0 %
Ácido 1-Undecanoico	112-37-8	99.0 %
Ácido 1-Dodecanoico	143-07-7	99.5 %
Ácido 1-Tridecanoico	638-53-9	99.0 %
Ácido 1-Tetradecanoico	544-63-8	99.5 %
Ácido 1-Pentadecanoico	1002-84-2	99.0 %
Ácido 1-Hexadecanoico	57-10-3	99.0 %
Ácido 1-Heptadecanoico	506-12-7	98.0 %
Ácido 1-Octadecanoico	57-11-4	98.0 %
Ácido 1-Nonadecanoico	646-30-0	99.0 %
Ácido 1-Eicosanoico	506-30-9	99.0 %
Ácido 1-Heneicosanoico	2363-71-5	99.0 %
Ácido 1-Docosanoico	112.85-6	99.0 %
Ácido 1-Tricosanoico	2433-96-7	99.0 %
Ácido 1-Tetracosanoico	557-59-5	99.0 %

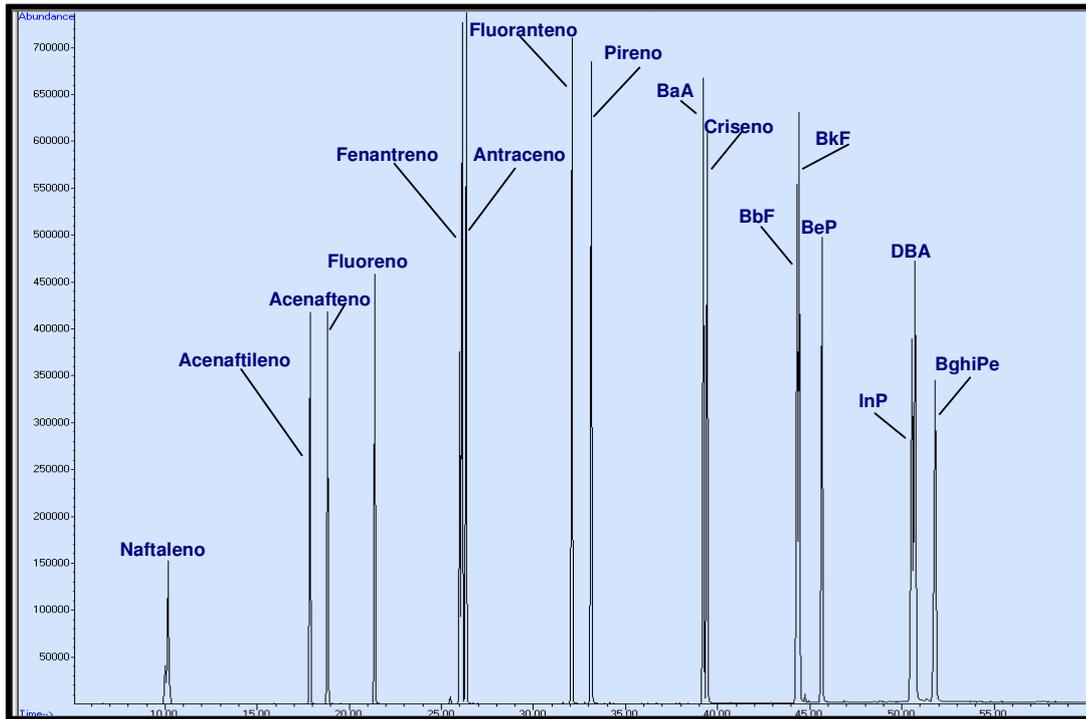
Ácidos polifuncionales (Fluka y Sigma Aldrich)

<i>Analito</i>	<i>CAS #</i>	<i>Pureza</i>
Ácido Pinico	473-73-4	98.0 %
Ácido Pinónico	473-72-3	98.0 %
Ácido Norpinónico	473-68-7	98.0 %
Ácido Azelaico	123-99-9	99.0%
Ácido Oleico	112-80-1	99.0 %
Ácido Linoleico	60-33-3	99.0 %
Ácido Palmitoleico	373-49-9	99.0 %
Levoglucosan	498-07-7	99.0 %

ANEXO II (Cromatogramas)



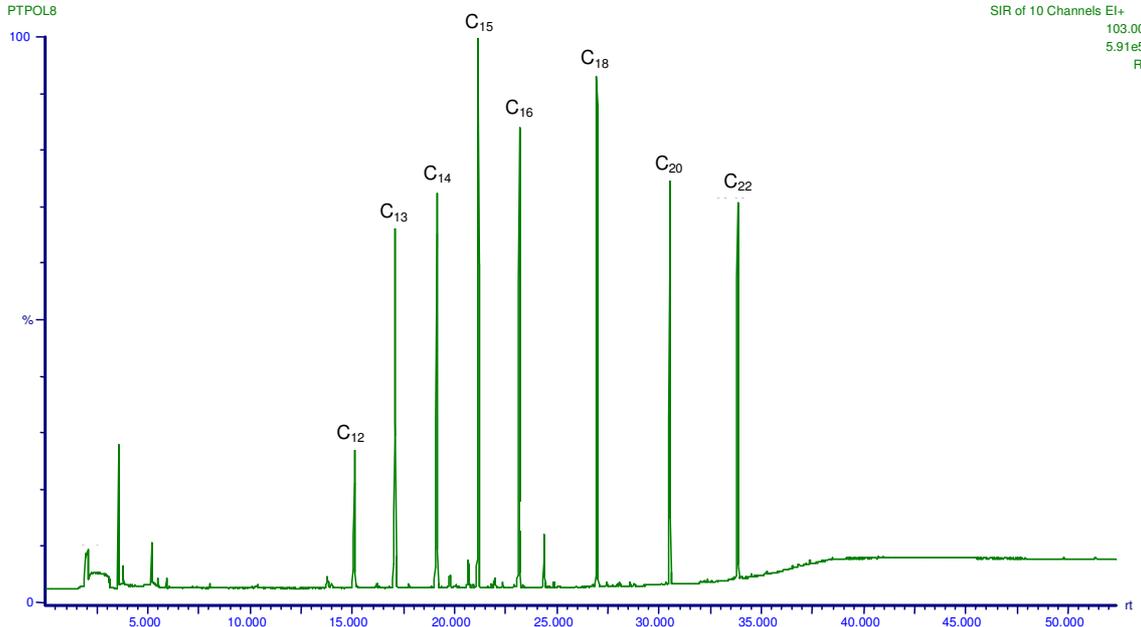
Cromatograma de Hidrocarburos Alifáticos



Cromatograma de Hidrocarburos Aromáticos Policíclicos

Sample ID: Patron polares 0.5 ppm (1mL; 7/9/2010)

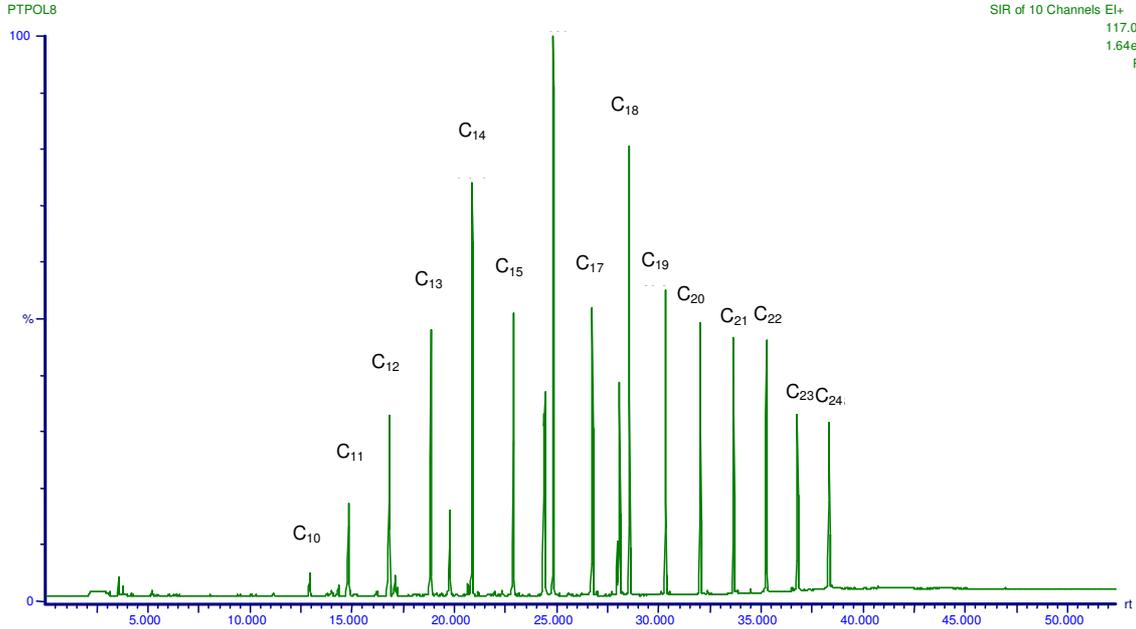
Acquired on 07-Sep-2010 at 20:13:03



Cromatograma de alcoholes de cadena lineal

Sample ID: Patron polares 0.5 ppm (1mL; 7/9/2010)

Acquired on 07-Sep-2010 at 20:13:03

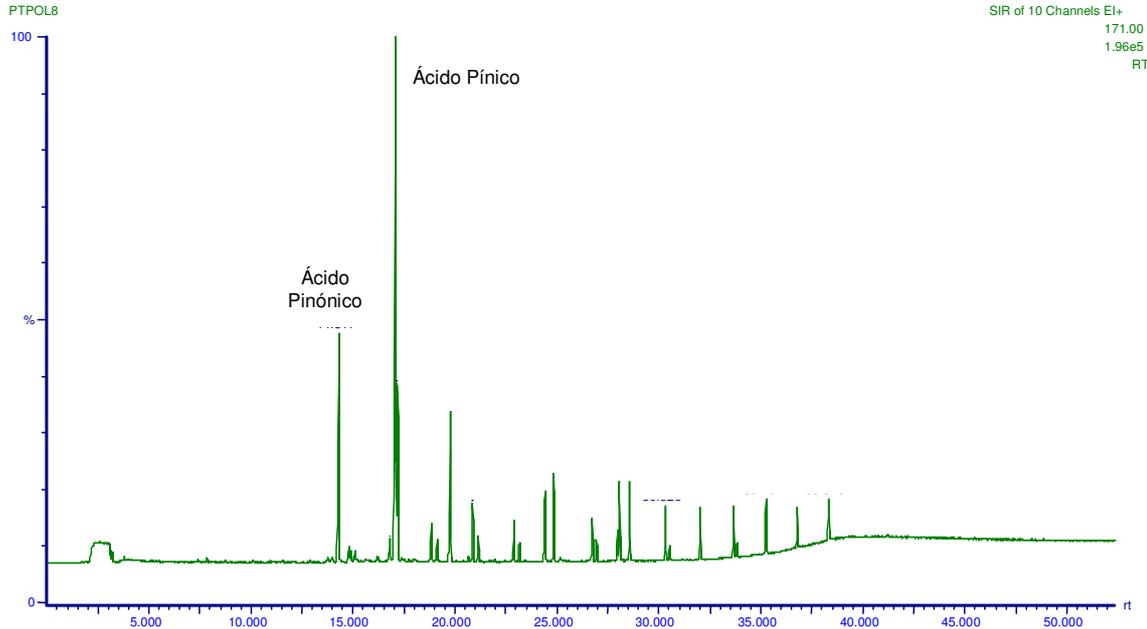


Cromatograma de ácidos de cadena lineal

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: Edición: 2011
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de compuestos orgánicos en las fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10} del aerosol atmosférico	
	Página: 30 de 35	

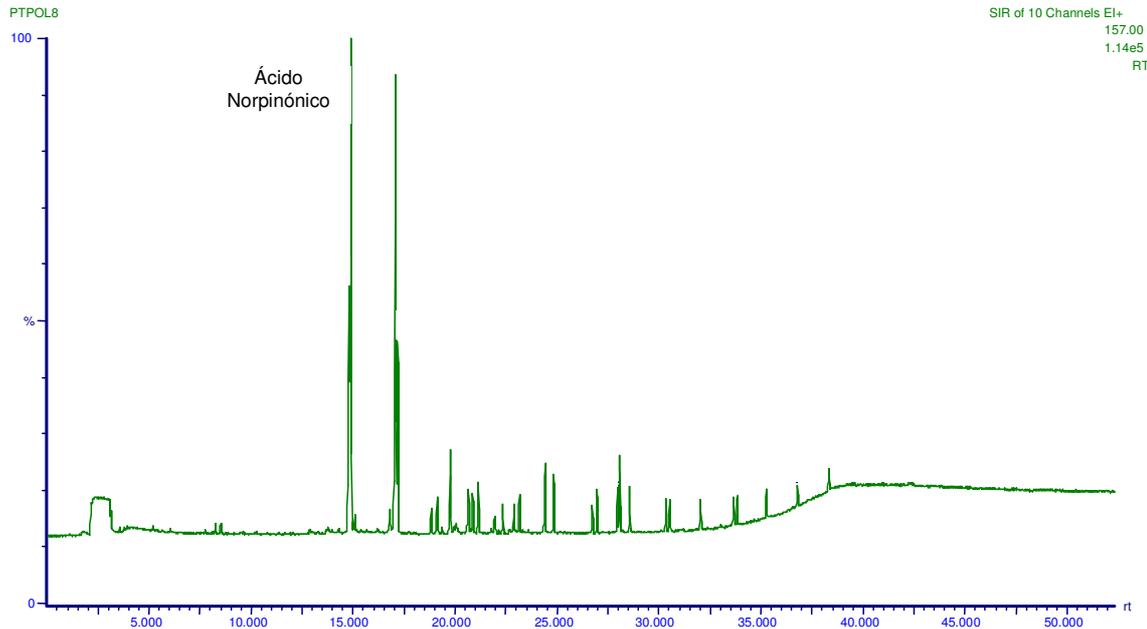
Sample ID: Patron polares 0.5 ppm (1mL; 7/9/2010)

Acquired on 07-Sep-2010 at 20:13:03



Sample ID: Patron polares 0.5 ppm (1mL; 7/9/2010)

Acquired on 07-Sep-2010 at 20:13:03

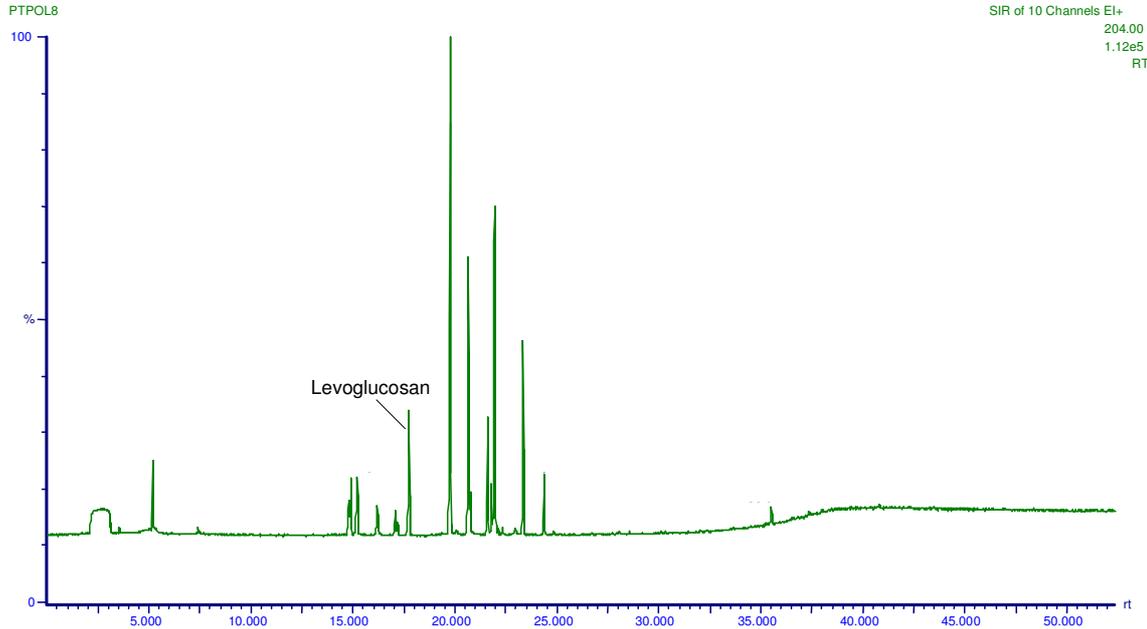


Cromatograma de los Ácidos Pinónico, Norpinónico y Pínico

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: Edición: 2011
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de compuestos orgánicos en las fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10} del aerosol atmosférico	Página: 31 de 35

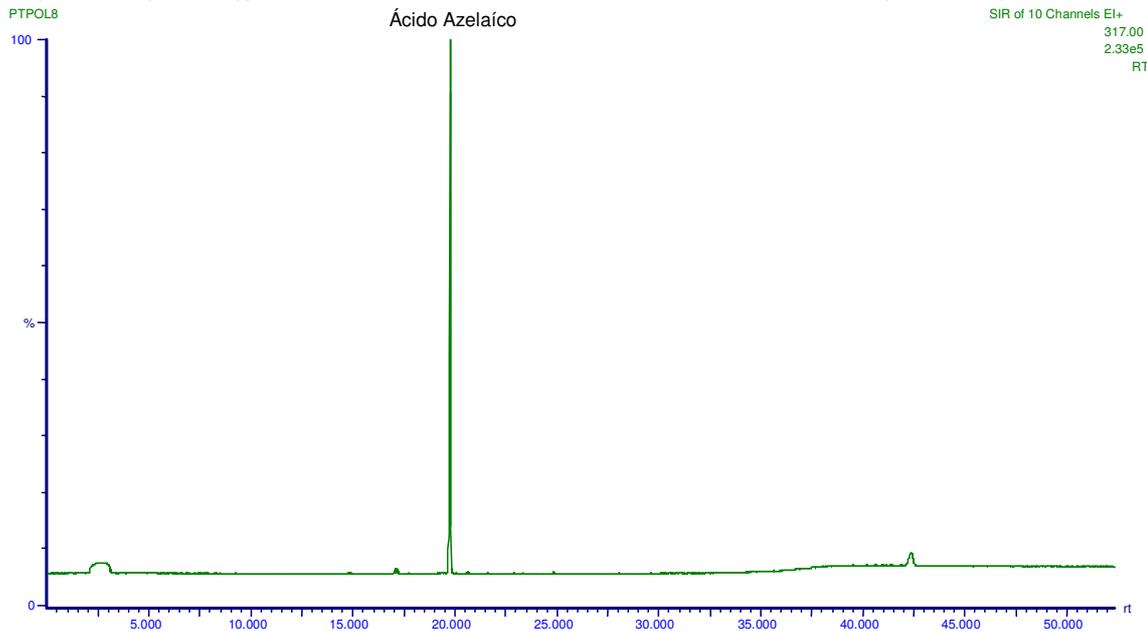
Sample ID: Patron polares 0.5 ppm (1mL; 7/9/2010)

Acquired on 07-Sep-2010 at 20:13:03

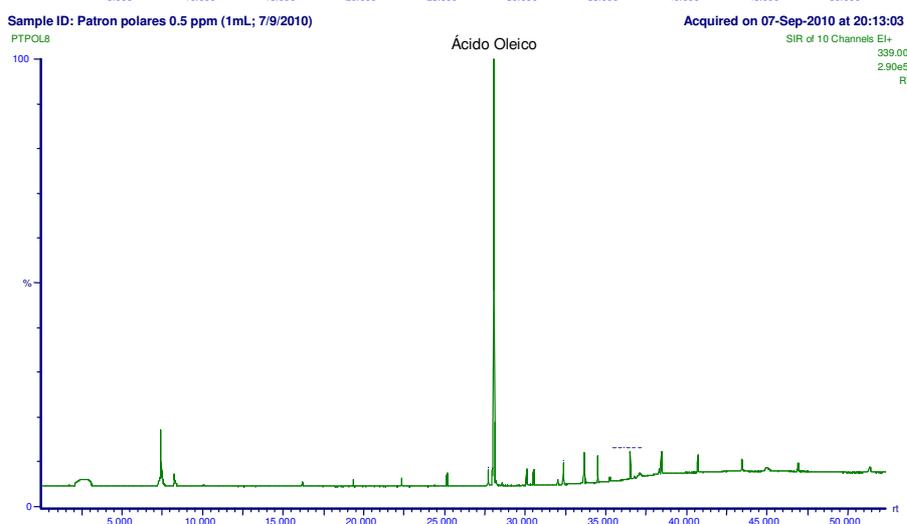
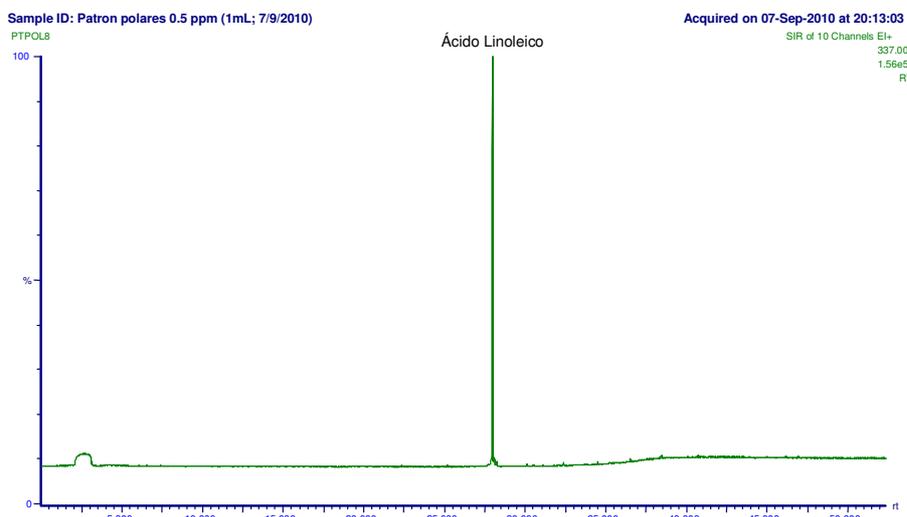
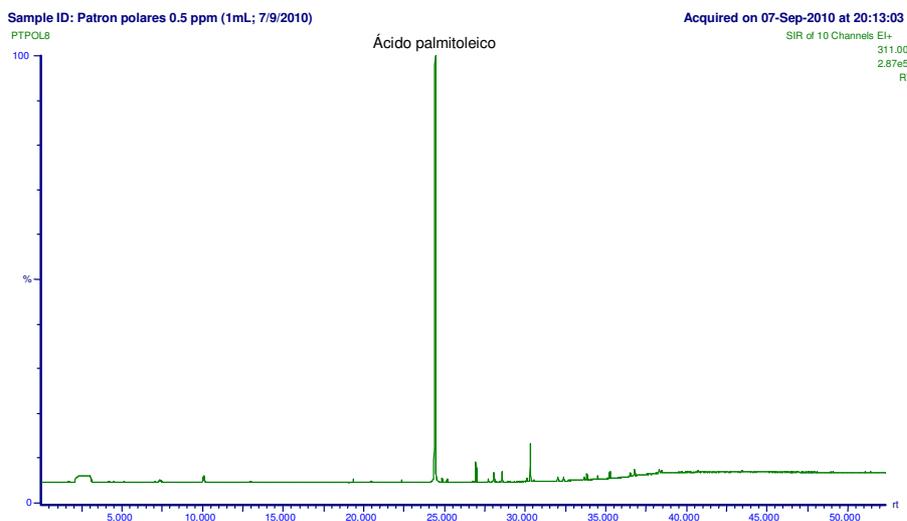


Sample ID: Patron polares 0.5 ppm (1mL; 7/9/2010)

Acquired on 07-Sep-2010 at 20:13:03



Cromatogramas del Levoglucosan y Ácido Azelaico



Cromatogramas de los Ácidos Palmitoleico, Linoleico y Oleico

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: Edición: 2011
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de compuestos orgánicos en las fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10} del aerosol atmosférico	
	Página: 33 de 35	

ANEXO III. (Control de calidad)

Analito	LD ($\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)	LQ ($\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)	Intervalo ($\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)	RDS (%)	ϵ (%)
Naftaleno	8	26	26 – 2000	7	-
Acenaftileno	5	15	15 – 2000	4	-
Acenafteno	9	31	31 – 2000	7	-
Fluoreno	11	36	36 – 2000	7	-
Fenantreno	8	26	26 – 2000	5	6
Antraceno	10	35	35 – 2000	6	0.5
Fluoranteno	12	41	41 – 2000	7	16
Pireno	11	35	35 – 2000	7	2
Benzo(a)antraceno	13	42	42 – 2000	10	14
Criseno	10	33	33 – 2000	6	18
Benzo(b)fluoranteno	7	24	24 – 2000	8	24
Benzo(k)fluoranteno	16	53	53 – 2000	8	21
Benzo(a)pireno	10	35	35 – 2000	8	20
Indeno(123-cd)pireno	15	51	51 – 2000	13	12
Dibenzo(ah)antraceno	14	45	45 – 2000	15	-
Benzo(ghi)perileno	12	41	41 – 2000	13	-

Analito	LD ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	LQ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	Intervalo ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	RDS (%)
1-Dodecanol	1,0	3,2	3.2 – 25	7
1-Tridecanol	0,8	2,5	2.5 – 25	5
1-Tetradecanol	0,9	3,0	3.0 – 25	6
1-Pentadecanol	0,7	2,3	2.3 – 25	5
1-Hexadecanol	0,6	2,1	2.1 – 25	4
1-Octadecanol	1,7	5,5	5.5 – 25	10
1-Eicosanol	0,7	2,5	2.5 – 25	5
1-Docosanol	1,1	3,6	3.6 – 25	8

 Ciemat Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: Edición: 2011
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de compuestos orgánicos en las fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10} del aerosol atmosférico	
	Página: 34 de 35	

Analito	LD (µg·L ⁻¹)	LQ (µg·L ⁻¹)	Intervalo (mg·L ⁻¹)	RDS (%)
n-Undecano	15	49	0.049 – 5	36
n-Dodecano	19	65	0.065 – 5	41
n-Tridecano	11	36	0.036 – 5	5
n-Tetradecano	12	40	0.040 – 5	5
n-Pentadecano	9	30	0.030 – 5	4
n-Hexadecano	10	33	0.033 – 5	4
n-Heptadecano	14	47	0.047 – 5	6
n-Octadecano	13	44	0.044 – 5	6
n-Nonadecano	13	42	0.042 – 5	6
n-Eicosano	23	78	0.078 – 5	10
n-Heneicosano	16	55	0.055 – 5	12
n-Docosano	28	92	0.092 – 5	10
n-Tricosano	28	92	0.092 – 5	8
n-Tetracosano	52	172	0.172 – 5	8
n-Pentacosano	34	112	0.112 – 5	6
n-Hexacosano	35	118	0.118 – 5	6
n-Heptacosano	48	160	0.160 – 5	9
n-Octacosano	20	67	0.067 – 5	4
n-Nonacosano	8	28	0.028 – 5	2
n-Triacontano	19	63	0.063 – 5	5
n-Hentriacontano	23	77	0.077 – 5	8
n-Dotriacontano	8	28	0.028 – 5	2
n-Tritriacontano	48	158	0.158 – 5	14
n-Tetratriacontano	14	46	0.046 – 5	4
n-Pentatriacontano	15	51	0.051 – 5	5
n-Hexatriacontano	4	14	0.014 – 5	1
n-Heptatriacontano	4	14	0.014 – 5	1
n-Octatriacontano	7	22	0.022 – 5	2
n-Nonatriacontano	9	31	0.031 – 5	2
n-Tetracontano	8	26	0.026 – 5	1
Pristano	17	58	0.058 – 5	7
Fitano	14	47	0.047 – 5	6

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: Edición: 2011
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de compuestos orgánicos en las fracciones PM_{1-2.5} y PM_{2.5-10} del aerosol atmosférico	
	Página: 35 de 35	

Analito	LD (mg·L ⁻¹)	LQ (mg·L ⁻¹)	Intervalo (mg·L ⁻¹)	RDS (%)
Ácido 1-Decanoico	0,2	0,6	0.6 – 25	1
Ácido 1-Undecanoico	0,0	0,1	0.1 – 25	0
Ácido 1-Dodecanoico	0,2	0,7	0.7 – 25	1
Ácido 1-Tridecanoico	0,4	1,3	1.3 – 25	3
Ácido 1-Tetradecanoico	0,6	2,0	2.0 – 25	5
Ácido 1-Pentadecanoico	0,6	2,1	2.1 – 25	5
Ácido 1-Hexadecanoico	1,1	3,5	3.5 – 25	7
Ácido 1-Heptadecanoico	0,4	1,4	1.4 – 25	4
Ácido 1-Octadecanoico	0,5	1,5	1.5 – 25	4
Ácido 1-Nonadecanoico	0,3	0,9	0.9 – 25	2
Ácido 1-Eicosanoico	0,8	2,7	2.7 – 25	8
Ácido 1-Heneicosanoico	10	-	10 – 25	-
Ácido 1-Docosanoico	10	-	10 – 25	-
Ácido 1-Tricosanoico	15	-	15 – 25	-
Ácido 1-Tetracosanoico	-	-	-	-
Ácido Pinónico	1,6	5,5	5.5 – 25	12
Ácido Pinico	2,4	7,9	7.9 – 25	18
Ácido Norpinónico	1,6	5,2	5.2 – 25	13
Levoglucosan	0,5	1,8	1.8 – 25	8
Ácido Azelaico	0,8	2,6	2.6 – 25	7
Ácido Palmitoleico	2,0	6,6	6.6 – 25	12
Ácido Linoleico	0,2	0,8	0.8 – 25	2
Ácido Oleico	1,7	5,8	5.8 – 25	11