

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: QM-PT-TC-08
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de fracciones de hidrocarburos alifáticos y aromáticos en muestras de suelos	Edición: 0

Página: 1 de 25

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.
 - 5.2.1. Instrumentación.
 - 5.2.2. Materiales.
 - 5.2.3. Patrones, disolventes y gases.
 - 5.3. Preparación de patrones y reactivos.
 - 5.3.1. Disoluciones de calibrado.
 - 5.4. Conservación y mantenimiento de las muestras.
 - 5.5. Procedimientos de limpieza.
 - 5.6. Tratamiento de la muestra.
 - 5.6.1. Extracción con microondas.
 - 5.6.2. Extracción en fase sólida.
 - 5.7. Análisis cromatográfico.
 - 5.7.1. Condiciones de operación.
 - 5.7.2. Identificación de los hidrocarburos alifáticos.
 - 5.7.3. Definición de los rangos de hidrocarburos.
 - 5.7.4. Cuantificación de los rangos de hidrocarburos.
 - 5.7.4.1. Factores de calibración para los hidrocarburos alifáticos.
 - 5.7.4.2. Factores de calibración para los hidrocarburos aromáticos.
 - 5.8. Cálculo de resultados.
 - 5.9. Control de calidad.
 - 5.9.1. Límites de detección y cuantificación.
 - 5.9.2. Intervalo dinámico lineal.
 - 5.9.3. Precisión.
 - 5.9.4. Exactitud.
 - 5.9.4. Incertidumbre.
 - 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

No aplica

Elaborado:	Revisado:	Aprobado:
O. Pindado Jiménez	A.J. Quejido Cabezas	J.M. Pérez Morales
 Fecha: 04 / 07 / 2013	Fecha: 04 / 07 / 2013	Fecha: 04 / 07 / 2013

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: QM-PT-TC-08 Edición: 0
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de fracciones de hidrocarburos alifáticos y aromáticos en muestras de suelos	Página: 2 de 25

1.- OBJETO

Calcular el contenido de hidrocarburos totales del petróleo y determinar los rangos de hidrocarburos alifáticos y aromáticos contenidos en muestras de suelos mediante GC/FID.

2.- CAMPO DE APLICACIÓN

Este procedimiento es aplicable a la determinación de los hidrocarburos totales del petróleo (TPH), a 5 rangos de hidrocarburos alifáticos y 5 rangos de hidrocarburos aromáticos.

- > TPH: Hidrocarburos extraíbles del petróleo.
- > Compuestos alifáticos comprendidos entre $>C_{10} - C_{12}$.
- > Compuestos alifáticos comprendidos entre $>C_{12} - C_{16}$.
- > Compuestos alifáticos comprendidos entre $>C_{16} - C_{21}$.
- > Compuestos alifáticos comprendidos entre $>C_{21} - C_{35}$.
- > Compuestos alifáticos superiores a $>C_{35}$.
- > Compuestos aromáticos comprendidos entre $>EC_{10} - EC_{12}$.
- > Compuestos aromáticos comprendidos entre $>EC_{12} - EC_{16}$.
- > Compuestos aromáticos comprendidos entre $>EC_{16} - EC_{21}$.
- > Compuestos aromáticos comprendidos entre $>EC_{21} - EC_{35}$.
- > Compuestos aromáticos superiores a $>EC_{35}$.

3.- DOCUMENTACIÓN DE REFERENCIA

“ISOLUTE® EPH solid phase extraction columns for the fractionation of extractable petroleum hydrocarbons from soil using both automated and manual procedures”. Biotage Chemistry Data Sheet, TN-142.09.

“Method for the determination of extractable petroleum hydrocarbons (EPH)”. Massachusetts Department of Environment Protection and Commonwealth of Massachusetts, MADEP-EPH-04.

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: QM-PT-TC-08
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de fracciones de hidrocarburos alifáticos y aromáticos en muestras de suelos	Edición: 0 Página: 3 de 25

“Selection of representative TPH fractions based on fate and transport considerations”.
 John B. Gustafson, Joan Griffith Tell, Doug Orem. Amherst Scientific Publishers (Total Petroleum Hydrocarbon Criteria Working Group Series, Vol. 3).

“EURACHEM (2000) CITAC Guide CG 4. Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement”. 2nd Edition.

4.- DEFINICIONES

Calibración: Es el conjunto de operaciones que establecen, bajo condiciones especificadas, la relación entre los valores de una magnitud (área del pico cromatográfico) y los valores correspondientes de esa magnitud realizados por patrones.

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

EC: Número equivalente de carbono. Es una relación, definida empíricamente, entre el punto de ebullición de un compuesto y el punto de ebullición de un compuesto que se toma como referencia (*n*-hexano ; EC = 6).

EPH: Siglas de hidrocarburos extraíbles del petróleo.

Factor de calibración: Es la relación entre el área cromatográfica y la cantidad de muestra inyectada.

Flame ionization detector (FID): Se refiere a un detector de ionización de llama.

Intervalo dinámico lineal: Es la zona del calibrado en la que la respuesta analítica es directamente proporcional a la concentración de analito

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.

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: QM-PT-TC-08
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de fracciones de hidrocarburos alifáticos y aromáticos en muestras de suelos	Edición: 0 Página: 4 de 25

Make up: Se refiere al gas N₂ cuya función en el detector es mejorar la forma de los picos cromatográficos.

Material de referencia certificado: Es un material de referencia en el cual uno o más valores de sus propiedades han sido certificados mediante un procedimiento que establece su trazabilidad.

PAHs: Hidrocarburos aromático policíclicos.

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

Precisión intermedia: Se refiere a la medida de la precisión del método analítico en condiciones diferentes de analista, día o equipo dentro del mismo laboratorio.

Rango de hidrocarburos: Se define como el conjunto de hidrocarburos alifáticos o aromáticos comprendidos entre un número determinado de átomos de carbono o EC.

Repetibilidad: Es el grado de concordancia entre los resultados de sucesivas mediciones realizadas a una misma alícuota en las mismas condiciones del método analítico.

Solid phase extraction (SPE): Se refiere a la extracción en fase sólida.

TPH: Siglas de hidrocarburos totales del petróleo.

UCM: Siglas de mezcla de hidrocarburos alifáticos sin resolver, que se presenta como una "hump" en el cromatograma que aumenta la línea base.

5.- DESCRIPCIÓN

5.1. Principio del método.

El objetivo del método es calcular el contenido de hidrocarburos totales del petróleo (TPH) y determinar los rangos de hidrocarburos alifáticos y aromáticos presentes en muestras de suelos. El método se basa en la extracción del suelo con una mezcla de hexano/acetona con radiación de microondas para a continuación realizar una extracción en fase sólida y finalmente realizar el análisis mediante cromatografía de gases con un detector de ionización de llama (GC/FID).

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: QM-PT-TC-08
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de fracciones de hidrocarburos alifáticos y aromáticos en muestras de suelos	Edición: 0
		Página: 5 de 25

5.2. Instrumentación, materiales y reactivos.

5.2.1. Instrumentación.

- > Cromatógrafo de gases Agilent 7820A con detector FID e inyector automático.
- > Sistema de Microondas [Ethos Sel].
- > Balanza analítica [Denver Instrument TB-215D].
- > Distribuidor de vacío para SPE [Agilent].
- > Agitador vortex.
- > Vitrina.
- > Sistema de evaporación con corriente de nitrógeno.

5.2.2. Materiales.

- > Columna cromatográfica de sílice fundida HP5-MS (30 m longitud; 0,32 mm diámetro interno; 0,25 μm fase estacionaria). *Nº serie: USA540816H.*
- > Cartuchos de fase normal Isolute sorbent EPH (25 cc / 5 g).
- > Jeringas de 50, 100, 250, 500, 1000 y 5000 μL [Hamilton y SGE].
- > Probetas de 25, 50 y 100 mL.
- > Vasos de precipitados.
- > Pipetas Pasteur.
- > Desecadores.
- > Viales de vidrio de 1, 5, 10 y 20 mL.
- > Insertos de vidrio de 100 μL .
- > Filtros de PTFE (\varnothing 20 μm).
- > Soportes.
- > Nuez y pinza de laboratorio.

5.2.3. Patrones, disolventes y gases.

- > Patrón de hidrocarburos alifáticos. DRH-FTRPH-SET: disolución de 500 $\mu\text{g mL}^{-1}$ en hexano de *n*-alcanos comprendidos entre octano y el tetracontano, más fitano y pristano [Sigma Aldrich].
- > Patrón de hidrocarburos aromáticos. PAH-Mix9: disolución de 100 $\mu\text{g mL}^{-1}$ en ciclohexano [Dr. Ehrenstorfer GmbH].

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: QM-PT-TC-08
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de fracciones de hidrocarburos alifáticos y aromáticos en muestras de suelos	Edición: 0
		Página: 6 de 25

- > Material de referencia certificado, CRM357-100 gramos. TPH – Sandy loam 2, lote JF357 [RTC].
- > Material de referencia certificado, CRM359-100 gramos. TPH – Clay loam 1, lote 015649 [RTC].
- > Material de referencia certificado, CRM372-100 gramos. TPH – Sand 1, lote 014092 [RTC].
- > Acetona, hexano y diclorometano de calidad cromatográfica [Aldrich].
- > Gas helio (N50 / B50) como gas portador, gas hidrógeno (N50 / B50) como gas de combustión, gas aire (N50 / B50) como gas de mezcla y gas nitrógeno (N50 / B50) como gas make up y para la concentración de los extractos.
- > Gel de sílice como agente desecante.

5.3. Preparación de patrones y reactivos.

5.3.1. Disoluciones de calibrado.

A partir del patrón primario de 500 $\mu\text{g mL}^{-1}$ se preparan por triplicado las disoluciones de calibrado (Tabla I).

Tabla I: Disoluciones de calibrado de hidrocarburos alifáticos.

Concentración ($\mu\text{g mL}^{-1}$)	Volumen DRH- FTRPH (μL)	Volumen DRH- FTRPH2 (μL)	Volumen hexano (μL)
200	40	40	20
150	30	30	40
100	20	20	60
50	10	10	80
25	5	5	90
5	10 Patrón 50 $\mu\text{g mL}^{-1}$		90

Las disoluciones de calibrado se mantienen a 4 °C hasta su inyección. Se conservan como máximo 24 horas.

A partir del patrón comercial de PAHs se preparan por triplicado las disoluciones de calibrado (Tabla II).

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: QM-PT-TC-08
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de fracciones de hidrocarburos alifáticos y aromáticos en muestras de suelos	Edición: 0

Tabla II: Disoluciones de calibrado de PAHs

Concentración ($\mu\text{g mL}^{-1}$)	Volumen patrón 100 $\mu\text{g mL}^{-1}$ (μL)	Volumen hexano (μL)
100	100	-
80	80	20
60	60	40
40	40	60
20	20	80
1	5 Patrón 20 $\mu\text{g mL}^{-1}$	95

Las disoluciones de calibrado se mantienen a 4 °C hasta su inyección. Se conservan como máximo 24 horas.

5.4. Conservación y mantenimiento de las muestras.

El laboratorio debe recibir el recipiente de la muestra perfectamente cerrado y contener al menos 10 gramos de muestra. El suelo debe estar seco y tamizado para garantizar la homogeneidad.

La muestra se mantiene a temperatura ambiente en un desecador hasta la realización del análisis.

5.5. Procedimientos de limpieza.

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

Las vasijas de extracción del sistema de microondas deben someterse a una etapa de lavado antes de su empleo. El lavado consiste en añadir 10 mL de acetona a cada recipiente de teflón y realizar el programa de limpieza (Tabla III). Una vez enfriados, se elimina el disolvente y se aclaran con acetona. Conservar los recipientes cerrados hasta su empleo.

Tabla III: Características del programa de limpieza

Potencia (W)	Temperatura (°C)	Agitación (%)	QP limit (%)
650	110	50	50
Tiempo de calentamiento (min)	Tiempo de extracción (min)	Tiempo de enfriamiento (min)	
5	10	10	

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: QM-PT-TC-08
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de fracciones de hidrocarburos alifáticos y aromáticos en muestras de suelos	Edición: 0
		Página: 8 de 25

Después de la extracción de la muestra, 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 con microondas.

Se pesa 1 gramo del suelo en una balanza analítica y se introduce en los reactores de Teflón. Se añade el agitador y se adicionan 20 mL de la mezcla hexano/acetona (1:1). Los reactores de Teflón se cierran y se comienza la extracción. Las condiciones experimentales están recogidas en la tabla IV.

Tabla IV: Características del programa de extracción

Potencia (W)	Temperatura (°C)	Agitación (%)	QP limit (%)
1000	150	60	50
Tiempo de calentamiento (min)	Tiempo de extracción (min)	Tiempo de enfriamiento (min)	
10	20	10	

Una vez la muestra esta fría (aproximadamente 45 minutos) se procede a concentrar los extractos con una ligera corriente de nitrógeno hasta obtener 1 mL. El extracto obtenido debe filtrarse para eliminar el material en suspensión. Se emplean unos filtros de PTFE de 20 µm de diámetro de poro.

5.6.2. Extracción en fase sólida.

Los cartuchos Isolute (25 cc / 5 g) deben activarse antes de emplearse. La etapa de activación consiste en hacer pasar 30 mL de hexano.

A continuación, y sin dejar secar el adsorbente, comienza la etapa de carga de la muestra. Esta consiste en depositar la muestra, disuelta en 1 mL de hexano, en la parte superior del lecho. Por gravedad la muestra se introduce en el cartucho.

La etapa de elución consiste en añadir 12 mL de hexano. Este disolvente pasa a través del cartucho y se recogen en un vial marcado como fracción alifática. El volumen de hexano es crítico, ya que un exceso de hexano puede producir la elución de los compuestos aromáticos.

Una vez recogida la primera fracción y sin que se haya secado el lecho del cartucho, se añaden 20 mL de diclorometano, que se recogen en un vial marcado como fracción aromática.

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: QM-PT-TC-08
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de fracciones de hidrocarburos alifáticos y aromáticos en muestras de suelos	Edición: 0
		Página: 9 de 25

La SPE se realiza sin necesidad de aplicar presión. Por gravedad los disolventes pasan a través del cartucho, a una velocidad de 2-3 mL min⁻¹.

Las dos fracciones recogidas se concentran con nitrógeno hasta 1 mL y se procede a su inyección en el GC/FID. La primera fracción contiene los hidrocarburos alifáticos, mientras que la segunda fracción incluye los compuestos aromáticos.

5.7. Análisis cromatográfico.

5.7.1. Condiciones de operación.

Para el análisis de los hidrocarburos alifáticos y aromáticos se definen las condiciones óptimas de operación. En las Tabla V y VI se presentan las condiciones cromatográficas utilizadas para el análisis de estos compuestos.

Tabla V: Condiciones óptimas de operación para el análisis de los hidrocarburos alifáticos.

Equipo: GC/MS Agilent 7820A Método: alifaticos.met				
Inyector		Horno		Detector FID
Liner: 5062-3587	Columna: HP5 (30 x 0,32 x 0,25)			Temperatura: 325 °C
Temperatura: 250 °C		Flujo: 2 mL min ⁻¹		Frecuencia: 20 Hz
Presión: 10,744 psi		80 °C	0 min.	H ₂ : 30 mL min ⁻¹
Modo inyección: Splitless	7 °C min ⁻¹	200 °C	0 min.	Aire: 400 mL min ⁻¹
Volumen: 3 µL muestra + 0,2 aire	11 °C min ⁻¹	300 °C	17 min.	N ₂ : 25 mL min ⁻¹

Tabla VI: Condiciones óptimas de operación para el análisis de los hidrocarburos aromáticos.

Equipo: GC/MS Agilent 7820A Método: aromaticos.met				
Inyector		Horno		Detector FID
Liner: 5062-3587	Columna: HP5 (30 x 0,32 x 0,25)			Temperatura: 325 °C
Temperatura: 250 °C		Flujo: 2 mL min ⁻¹		Frecuencia: 20 Hz
Presión: 10,744 psi		80 °C	0 min.	H ₂ : 30 mL min ⁻¹
Modo inyección: Splitless	7 °C min ⁻¹	200 °C	0 min.	Aire: 400 mL min ⁻¹
Volumen: 3 µL muestra + 0,2 aire	11 °C min ⁻¹	300 °C	16 min.	N ₂ : 25 mL min ⁻¹

5.7.2. Identificación de los hidrocarburos alifáticos.

La identificación de los compuestos se realiza a través de los tiempos de retención. Para establecer precisamente los tiempos de retención de cada compuesto se deben realizar varias inyecciones a lo largo de un periodo de 72 horas. Se define la ventana de tiempo de retención como el tiempo de retención promedio más menos tres veces la desviación estándar. Los

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: QM-PT-TC-08
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de fracciones de hidrocarburos alifáticos y aromáticos en muestras de suelos	Edición: 0
		Página: 10 de 25

tiempos de retención para los compuestos estudiados en el momento de la redacción de este procedimiento están recogidos en las tablas VII y VIII.

Tabla VII: Tiempos de retención de los hidrocarburos alifáticos [t_R promedio \pm 3s].

Compuesto	t_R (min)	Compuesto	t_R (min)	Compuesto	t_R (min)
Undecano	4,654 \pm 0,017	Eicosano	18,554 \pm 0,037	Hentriacontano	27,085 \pm 0,041
Dodecano	6,166 \pm 0,023	Heneicosano	19,652 \pm 0,034	Dotriacontano	27,828 \pm 0,047
Tridecano	7,828 \pm 0,030	Docosano	20,633 \pm 0,033	Tritriacontano	28,680 \pm 0,058
Tetradecano	9,527 \pm 0,031	Tricosano	21,524 \pm 0,030	Tetracontano	29,677 \pm 0,059
Pentadecano	11,202 \pm 0,036	Tetracosano	22,347 \pm 0,032	Pentatriacontano	30,855 \pm 0,081
Hexadecano	12,824 \pm 0,038	Pentacosano	23,114 \pm 0,031	Hexatriacontano	32,260 \pm 0,097
Heptadecano	14,380 \pm 0,043	Hexacosano	23,840 \pm 0,033	Heptatriacontano	33,939 \pm 0,098
Pristano	14,480 \pm 0,044	Heptacosano	24,529 \pm 0,031	Octatriacontano	35,962 \pm 0,103
Octadecano	15,869 \pm 0,044	Octacosano	25,186 \pm 0,032	Nonatriacontano	38,402 \pm 0,124
Fitano	16,011 \pm 0,047	Nonacosano	25,817 \pm 0,032	Tetracontano	41,358 \pm 0,154
Nonadecano	17,290 \pm 0,043	Triacotano	26,428 \pm 0,034		

Tabla VIII: Tiempos de retención de hidrocarburos aromáticos [t_R promedio \pm 3s].

Compuesto	t_R (min)	Compuesto	t_R (min)	Compuesto	t_R (min)
Naftaleno	6,076 \pm 0,118	Fluoranteno	19,342 \pm 0,105	B(a)Py	25,816 \pm 0,132
Acenaftileno	10,476 \pm 0,089	Pireno	19,908 \pm 0,111	InPy	27,814 \pm 0,361
Acenafteno	11,067 \pm 0,097	B(a)A	22,790 \pm 0,339	DBA	28,112 \pm 0,239
Fluoreno	12,657 \pm 0,101	Criseno	22,967 \pm 0,095	B(ghi)Pe	28,496 \pm 0,362
Fenantreno	15,627 \pm 0,309	B(b)F	25,061 \pm 0,281		
Antraceno	15,803 \pm 0,163	B(k)F	25,234 \pm 0,058		

5.7.3. Definición de los rangos de hidrocarburos.

Se definen los rangos de hidrocarburos alifáticos en función del número de átomos de carbono de la cadena alifática. Cada rango comienza 0.1 minutos antes de la elución del primer hidrocarburo del rango y termina 0.1 antes de la elución del primer hidrocarburo de siguiente rango. Los resultados están en la tabla IX.

Tabla IX: Definición de los rangos de hidrocarburos alifáticos.

Rango hidrocarburos alifáticos	Tiempo de inicio	Tiempo de finalización
>C ₁₀ - C ₁₂	4,2 min.	7,0 min.
>C ₁₂ - C ₁₆	7,0 min.	13,5 min.
>C ₁₆ - C ₂₁	13,5 min.	20,2 min.
>C ₂₁ - C ₃₅	20,2 min.	31 min.
>C ₃₅	31 min.	43,23 min.

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: QM-PT-TC-08
	Edición: 0	
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de fracciones de hidrocarburos alifáticos y aromáticos en muestras de suelos	Página: 11 de 25

Para definir los rangos de hidrocarburos aromáticos se emplea el EC. En la tabla X se presentan las características que definen el EC para los hidrocarburos aromáticos.

Tabla X: Número equivalente de carbono (EC) de los hidrocarburos aromáticos.

Compuesto	P.E. (°C)*	Carbonos	EC	Compuesto	P.E. (°C)*	Carbonos	EC
Naftaleno	218	10	11,69	B(a)A	435	18	26,37
Acenaftileno	270	12	15,06	Criseno	448	18	27,41
Acenafteno	277,5	12	15,50	B(b)F	481	20	30,14
Fluoreno	295	13	16,55	B(k)F	481	20	30,14
Fenantreno	339	14	19,36	B(a)Py	495	20	31,34
Antraceno	340	14	19,43	InPy	536	22	35,01
Fluoranteno	375	16	21,85	DBA	524	22	33,92
Pireno	360	16	20,80	B(ghi)Pe	525	22	34,01

* P.E. Punto de ebullición.

Los rangos de hidrocarburos aromáticos definidos en función del EC están recogidos en la tabla XI. Cada rango comienza 0.1 minutos antes de la elución del primer hidrocarburo aromático del rango y termina 0.1 antes de la elución del primer hidrocarburo aromático del siguiente rango.

Tabla XI: Definición de los rangos de hidrocarburos aromáticos.

Rango hidrocarburos aromáticos	Tiempo de inicio	Tiempo de finalización
>EC ₁₀ - EC ₁₂	4,0 min.	6,5 min.
>EC ₁₂ - EC ₁₆	6,5 min.	12,5 min.
>EC ₁₆ - EC ₂₁	12,5 min.	20,0 min.
>EC ₁₆ - EC ₃₅	20,0 min.	27,0 min.
>EC ₃₅	27,0 min.	42,23 min.

5.7.4. Cuantificación de los rangos de hidrocarburos.

La cuantificación de los rangos definidos se realiza utilizando factores de calibración. Esta técnica de calibración es la recomendada para determinar la relación entre la respuesta del detector FID y la concentración de las especies analizadas.

5.7.4.1. Factores de calibración para los hidrocarburos alifáticos.

Se preparan las 6 disoluciones de hidrocarburos alifáticos descritas en el punto 5.3.2. de este procedimiento. La disolución de concentración más baja y la disolución de concentración más elevada definen el intervalo de trabajo.

Se analizan todas las disoluciones de calibración de acuerdo al punto 5.7.1. de este procedimiento.

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: QM-PT-TC-08
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de fracciones de hidrocarburos alifáticos y aromáticos en muestras de suelos	Edición: 0
		Página: 12 de 25

La expresión para calcular los factores de calibración de los 5 rangos de hidrocarburos alifáticos se muestra en la ecuación 1:

Ecuación 1

$$\text{Factor calibración rango (FC}_{[\text{rango}]}) = \frac{\text{Sumatorio áreas rango}}{\text{Concentración total inyectada}_{(\mu\text{g mL}^{-1})}}$$

La concentración inyectada no es igual en todos los rangos ya que cada rango incluye un número diferente de compuestos. En la tabla XII se resumen las concentraciones inyectadas en los diferentes rangos.

Tabla XII: Concentración de hidrocarburos alifáticos inyectados en cada rango.

Rango	Concentración hidrocarburos inyectada ($\mu\text{g mL}^{-1}$)					
	200	150	100	50	25	5
>C ₁₀ - C ₁₂ (2 analitos)	400	300	200	100	50	10
>C ₁₂ - C ₁₆ (4 analitos)	800	600	400	200	100	20
>C ₁₆ - C ₂₁ (7 analitos)	1 400	1 050	700	350	175	35
>C ₂₁ - C ₃₅ (14 analitos)	2 800	2 100	1 400	700	350	70
>C ₃₅ (5 analitos)	1 000	750	500	250	125	25

El tipo de integración que se realiza es a "línea base". El factor de calibración se calcula como la media de los factores de calibración obtenidos en las 6 disoluciones inyectadas. Los resultados obtenidos están recogidos en la tabla XIII.

Tabla XIII: Factores de calibración de los rangos de hidrocarburos alifáticos.

Rango hidrocarburos alifáticos	Factor de Calibración	% RDS
>C ₁₀ - C ₁₂	537 812	7 %
>C ₁₂ - C ₁₆	522 472	6 %
>C ₁₆ - C ₂₁	502 038	10 %
>C ₂₁ - C ₃₅	536 472	12 %
>C ₃₅	494 263	17 %

El cromatograma de un patrón de $50 \mu\text{g mL}^{-1}$ está recogido en el Anexo II.

5.7.4.2. Factores de calibración para los hidrocarburos aromáticos.

Se preparan las 6 disoluciones de hidrocarburos aromáticos descritas en el punto 5.3.2. El intervalo de trabajo queda definido por la disolución de concentración más baja y la disolución de concentración más elevada.

La ecuación 2 muestra la expresión para calcular los factores de calibración de los 5 rangos de hidrocarburos aromáticos

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: QM-PT-TC-08
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de fracciones de hidrocarburos alifáticos y aromáticos en muestras de suelos	Edición: 0
		Página: 13 de 25

Ecuación 2

$$\text{Factor calibración rango (FC}_{[\text{rango}]}) = \frac{\text{Sumatorio áreas rango}}{\text{Concentración total inyectada}_{(\mu\text{g mL}^{-1})}}$$

La concentración inyectada no es igual en todos los rangos ya que cada rango incluye un número diferente de compuestos. En la tabla XIV se resumen las concentraciones inyectadas en los diferentes rangos.

Tabla XIV: Concentración de hidrocarburos aromáticos inyectados en cada rango

Rango	Concentración hidrocarburos inyectada ($\mu\text{g mL}^{-1}$)					
	100	80	60	40	20	1
>EC ₁₀ - EC ₁₂ (1 analitos)	100	80	60	40	20	1
>EC ₁₂ - EC ₁₆ (2 analitos)	200	160	120	80	40	2
>EC ₁₆ - EC ₂₁ (5 analitos)	500	400	300	200	100	5
>EC ₂₁ - EC ₃₅ (5 analitos)	500	400	300	200	100	5
>EC ₃₅ (3 analitos)	300	240	180	120	60	3

La integración que se realiza es a “línea base”. El factor de calibración se calcula como la media de los factores de calibración obtenidos en las 6 disoluciones inyectadas. Los resultados obtenidos están recogidos en la tabla XV.

Tabla XV: Factores de calibración de los rangos de hidrocarburos aromáticos.

Rango hidrocarburos aromáticos	Factor de Calibración	% RDS
>EC ₁₀ - EC ₁₂	586 361	6 %
>EC ₁₂ - EC ₁₆	580 012	5 %
>EC ₁₆ - EC ₂₁	559 915	5 %
>EC ₂₁ - EC ₃₅	547 233	7 %
>EC ₃₅	372 386	4 %

El cromatograma de un patrón de 40 $\mu\text{g mL}^{-1}$ está recogido en el Anexo II.

5.8. Cálculo de resultados.

La identificación cuantitativa del rango de hidrocarburos en el extracto de la muestra se realiza a partir del área cromatográfica y los factores de calibración según la ecuación 3.

Ecuación 3

$$\text{Conc rango}_{(\mu\text{g mL}^{-1})} = \frac{\text{Área}}{\text{FC}_{(\text{rango})}}$$

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: QM-PT-TC-08
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de fracciones de hidrocarburos alifáticos y aromáticos en muestras de suelos	Edición: 0

La ecuación 4 calcula la concentración de los hidrocarburos como miligramos de analito por kilogramo de sedimento:

Ecuación 4

$$[\text{Rango Hidrocarburos}]_{(\text{mg Kg}^{-1})} = \frac{\text{Conc hidrocarburos}_{(\text{mg L}^{-1})} \times \text{Vol alicuota}_{(\text{L})}}{\text{Peso sedimento}_{(\text{Kg})}}$$

Las muestras deben ser analizadas por triplicado y presentar los resultados con un intervalo de confianza. Asumiendo una distribución normal y un nivel de confianza del 95 %, el intervalo de confianza se calcula de acuerdo a la ecuación 5:

Ecuación 5

$$\text{Intervalo confianza} = \pm 1,96 \cdot \frac{s}{\sqrt{n}}$$

5.9. Control de calidad.

5.9.1. Límites de detección y cuantificación.

Se prepararon seis alícuotas de hidrocarburos alifáticos de $0,5 \mu\text{g mL}^{-1}$ y seis alícuotas de hidrocarburos aromáticos de $0,1 \mu\text{g mL}^{-1}$.

El calculo de la varianza (S) y la desviación estándar (s) de las réplicas realizadas para todos los rangos estudiados se efectuó de acuerdo a la ecuación 6:

Ecuación 6

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

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

El cálculo del LD y LQ se llevaron a cabo de acuerdo a la ecuación 7.

Ecuación 7

$$\text{LD} = 3 \cdot s$$

$$\text{LQ} = 10 \cdot s$$

Los resultados obtenidos están reflejados en el Anexo III.

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: QM-PT-TC-08
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de fracciones de hidrocarburos alifáticos y aromáticos en muestras de suelos	Edición: 0 Página: 15 de 25

5.9.2. Intervalo dinámico lineal.

Las disoluciones de concentración más baja y más elevada de los calibrados de hidrocarburos alifáticos y aromáticos definen el intervalo de trabajo. Los resultados están recogidos en el Anexo III.

5.9.3. Precisión.

La precisión es el grado de concordancia entre los valores de una serie repetida de ensayos, utilizando una muestra homogénea, bajo unas condiciones establecidas. Un estimador de la precisión es la desviación estándar relativa (RSD) que se define según la ecuación 8:

Ecuación 8

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

La precisión puede ser considerada a tres niveles: repetibilidad, precisión intermedia y reproducibilidad. La repetibilidad es una medida de dispersión interna y estima los errores aleatorios del método, mientras que la precisión intermedia evalúa como evoluciona una muestra con el tiempo.

Se analizan seis alícuotas de hidrocarburos a una concentración en la zona baja del calibrado ($5 \mu\text{g mL}^{-1}$ para alifáticos y $1 \mu\text{g mL}^{-1}$ para aromáticos) y a una concentración en la zona media del calibrado ($30 \mu\text{g mL}^{-1}$ para alifáticos y $20 \mu\text{g mL}^{-1}$ para aromáticos). Para calcular la precisión intermedia se estudiará la desviación típica relativa de una muestra al analizarse en tres días consecutivos. La repetibilidad se calcula al analizar consecutivamente seis veces una sola alícuota de hidrocarburos alifáticos y aromáticos. Los resultados obtenidos están en el Anexo III.

5.9.4. Exactitud.

Se emplean tres materiales de referencia certificada, TPH en suelo arcilloso (CRM359-100), TPH en suelo arenoso (CRM357-100) y TPH y separación de cadenas en suelo arenoso (CRM372-100). Estos tres materiales son analizados de acuerdo a este procedimiento.

La exactitud se evalúa mediante el cálculo del error relativo (Ecuación 9).

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: QM-PT-TC-08
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de fracciones de hidrocarburos alifáticos y aromáticos en muestras de suelos	Edición: 0 Página: 16 de 25

Ecuación 9

$$e (\%) = \frac{X - m}{m} \cdot 100$$

Los resultados están recogidos en el anexo IV.

5.9.4. Incertidumbre.

Se ha procedido a realizar el cálculo de la incertidumbre asociada al análisis de los hidrocarburos en muestras de suelo de acuerdo a la guía EURACHEM. Se han identificado cinco fuentes de incertidumbre: área pico cromatográfico, masa suelo analizado, volumen final, factor de calibración y recuperación. Los resultados están recogidos en el anexo V.

5.10. Informe de resultados.

La concentración final de los analitos se debe expresar sin cifras decimales en mg Kg⁻¹.

5.11. Normas de seguridad.

El personal debe estar equipado con equipos de protección individual (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. 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.

Los residuos líquidos se depositan en bidones, debidamente etiquetados, suministrados por el personal especializado del CIEMAT como residuos orgánicos tóxicos y/o peligrosos.

Los residuos generados en cada muestra analizada son: 80 mL de disolventes orgánicos y 3 gramos de residuo sólido.

5.13. Responsables.

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

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: QM-PT-TC-08
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de fracciones de hidrocarburos alifáticos y aromáticos en muestras de suelos	Edición: 0 Página: 17 de 25

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 la Jefatura 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 Dirección de la División de Química del CIEMAT.

10.- ANEXOS

- > **Anexo I: Patrones originales**
 - **DRH-FTRPH-SET (Lote 211109075).**
 - **PAH-Mix-9 (Lote 10704CY).**
- > **Anexo II: Cromatogramas.**
- > **Anexo III: Control de calidad.**
- > **Anexo IV: Análisis material de referencia CRM-357, CRM-359 y CRM-372.**
- > **Anexo V: Cálculo de la incertidumbre.**

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: QM-PT-TC-08
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de fracciones de hidrocarburos alifáticos y aromáticos en muestras de sedimentos	Edición: 0

ANEXO I: Patrones originales

DRH-FTRPH-SET. Lote 211109075

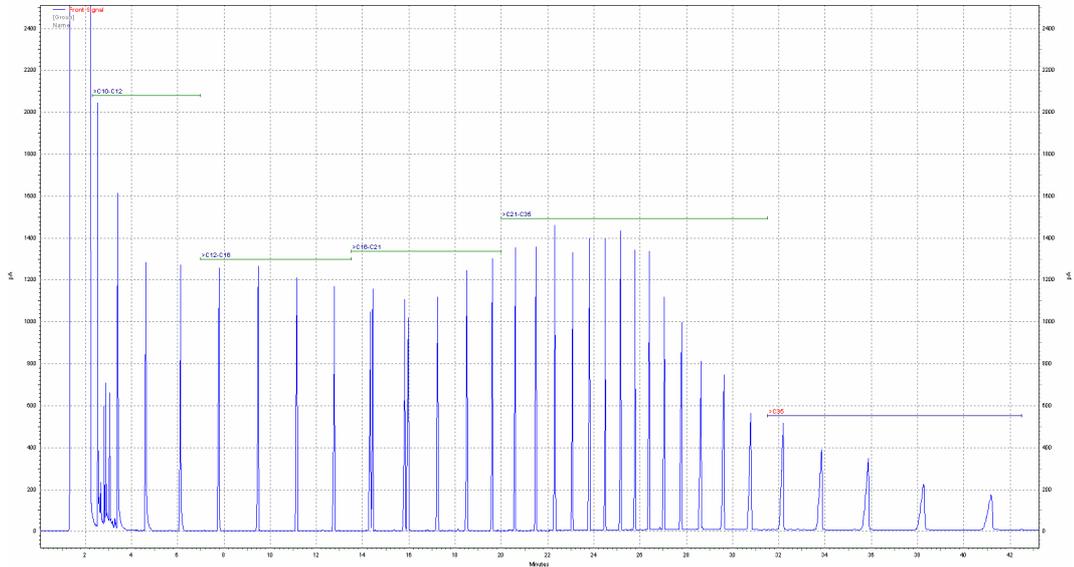
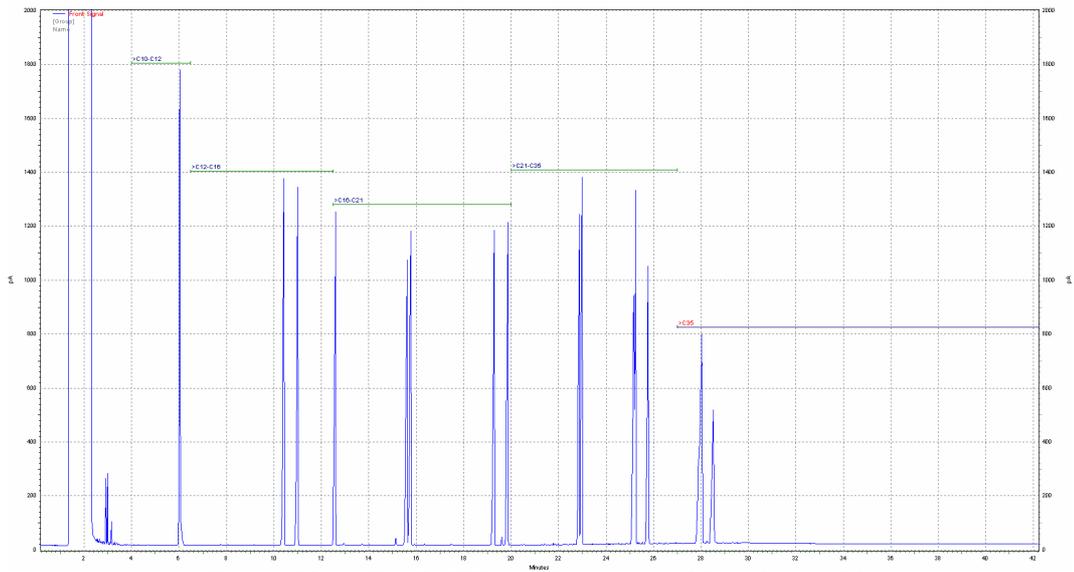
Compuesto	CAS #	Concentración ($\mu\text{g mL}^{-1}$)
Nonano	111-84-2	497,6
Decano	124-18-5	497,6
Undecano	1120-21-4	495,0
Dodecano	112-40-3	499,8
Tridecano	629-50-5	497,0
Tetradecano	629-59-4	491,6
Pentadecano	629-62-9	496,7
Hexadecano	544-76-3	497,1
Heptadecano	629-78-7	496,2
Pristano	1921-70-6	495,8
Octadecano	593-45-3	500,4
Fitano	638-36-8	498,6
Nonadecano	629-92-5	496,2
Eicosano	112-95-8	499,1
Heneicosano	629-94-7	501,1
Docosano	629-97-0	495,8
Tricosano	638-67-5	495,3
Tetracosano	646-31-3	500,3
Pentacosano	629-99-2	499,0
Hexacosano	630-01-3	500,3
Heptacosano	593-49-7	500,6
Octacosano	630-02-4	499,5
Nonacosano	630-03-5	501,0
Triacotano	638-68-6	498,6
Hentriacotano	630-04-6	496,6
Dotriacotano	544-85-4	493,0
Tritriacotano	630-05-7	499,1
Tetratriacotano	14167-59-0	499,4
Pentatriacotano	630-07-9	501,0
Hexatriacotano	630-06-8	494,1
Heptatriacotano	7194-84-5	501,2
Octatriacotano	7197-85-6	500,1
Nonatriacotano	7194-86-7	500,3
Tetracontano	4181-95-7	498,0

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: QM-PT-TC-08
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de fracciones de hidrocarburos alifáticos y aromáticos en muestras de sedimentos	Edición: 0 Página: 19 de 25

ANEXO I: Patrones originales

PAH-Mix 9. Lote 80725CY.

Compuesto	CAS #	Concentración ($\mu\text{g mL}^{-1}$)
Naftaleno	91-20-3	99,8
Acenaftileno	208-96-8	98,0
Acenafteno	83-32-9	99,5
Fluoreno	86-73-7	99,0
Fenantreno	85-01-8	99,0
Antraceno	120-12-7	99,5
Fluoranteno	206-44-0	99,5
Pireno	129-00-0	99,5
Benzo (a) antraceno	56-55-3	99,0
Criseno	218-01-9	99,0
Benzo (b) fluoranteno	205-99-2	99,5
Benzo (k) fluoranteno	207-08-9	99,0
Benzo (a) pireno	50-32-8	98,5
Indeno (123 cd) pireno	193-39-5	99,0
Dibenzo (ah) antraceno	53-70-3	99,0
Benzo (ghi) perileno	191-24-2	99,5

ANEXO II: Cromatogramas**Ilustración 1: Patrón hidrocarburos alifáticos (50 mg/L)****Ilustración 2: Patrón hidrocarburos aromáticos (40 mg/L)**

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: QM-PT-TC-08
	Edición: 0	
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de fracciones de hidrocarburos alifáticos y aromáticos en muestras de sedimentos	Página: 21 de 25

ANEXO III: Control de calidad

Hidrocarburos alifáticos	LD (mg Kg ⁻¹)	LQ (mg Kg ⁻¹)	Linealidad (µg mL ⁻¹)	Precisión intermedia (5 µg mL ⁻¹)	Precisión intermedia (30 µg mL ⁻¹)	Repetibilidad
>C ₁₀ - C ₁₂	0,2	0,5	10 – 400	8%	3%	2%
>C ₁₂ - C ₁₆	0,1	0,3	20 – 800	9%	3%	1%
>C ₁₆ - C ₂₁	0,3	0,9	35 – 1400	10%	3%	1%
>C ₂₁ - C ₃₅	0,5	1,8	70 – 2800	5%	3%	1%
>C ₃₅	0,2	0,8	25 – 1000	5%	3%	1%

Hidrocarburos aromáticos	LD (mg Kg ⁻¹)	LQ (mg Kg ⁻¹)	Linealidad (µg mL ⁻¹)	Precisión intermedia (1 µg mL ⁻¹)	Precisión intermedia (20 µg mL ⁻¹)	Repetibilidad
>C ₁₀ - C ₁₂	0,03	0,1	1 – 100	6%	5%	5%
>C ₁₂ - C ₁₆	0,1	0,2	2 – 200	5%	5%	6%
>C ₁₆ - C ₂₁	0,1	0,4	5 – 500	12%	4%	5%
>C ₂₁ - C ₃₅	0,1	0,5	5 – 500	9%	5%	5%
>C ₃₅	0,2	0,6	3 - 300	13%	5%	6%

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: QM-PT-TC-08
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de fracciones de hidrocarburos alifáticos y aromáticos en muestras de sedimentos	Edición: 0 Página: 22 de 25

ANEXO IV: Análisis material de referencia. CRM-357, CRM-359 y CRM-372

CRM-357	Conc. certificada (mg Kg ⁻¹)	Peso analizado (gramos)	Conc. medida (mg Kg ⁻¹)	Error relativo (%)
TPH (C ₆ – C ₃₅)	3220 ± 310	1,00	2978 ± 63	8 %

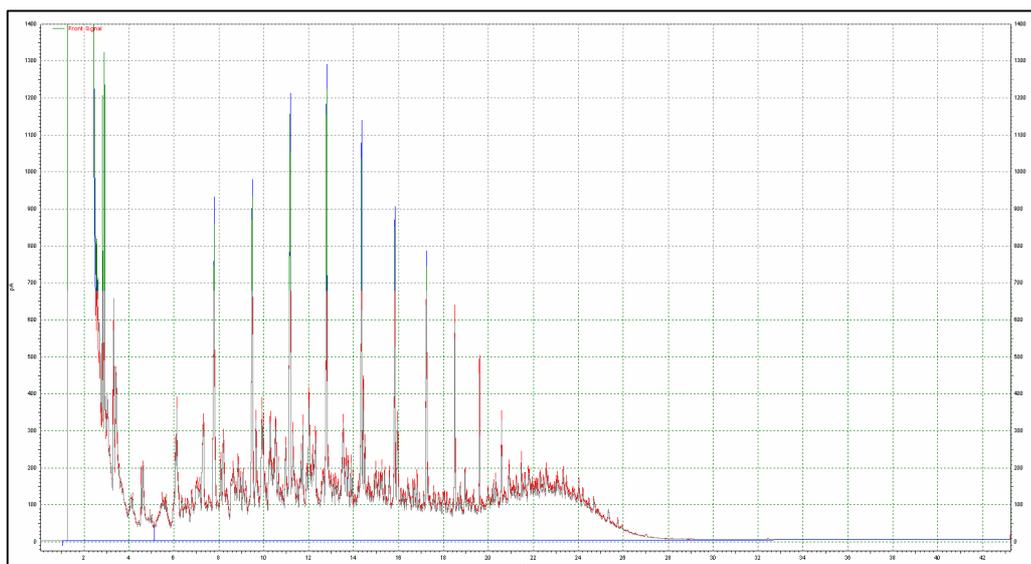


Ilustración 3: Cromatograma obtenido al analizar el material de referencia CRM-357.

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: QM-PT-TC-08
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de fracciones de hidrocarburos alifáticos y aromáticos en muestras de sedimentos	Edición: 0

ANEXO IV: Análisis material de referencia. CRM-357, CRM-359 y CRM-372

CRM-359	Conc. certificada (mg Kg ⁻¹)	Peso analizado (gramos)	Conc. medida (mg Kg ⁻¹)	Error relativo (%)
DRO (C ₁₀ – C ₂₈)	982 ± 238	1,00	1010 ± 124	3 %
Total EPH	1110 ± 110	1,03	1015 ± 123	9 %

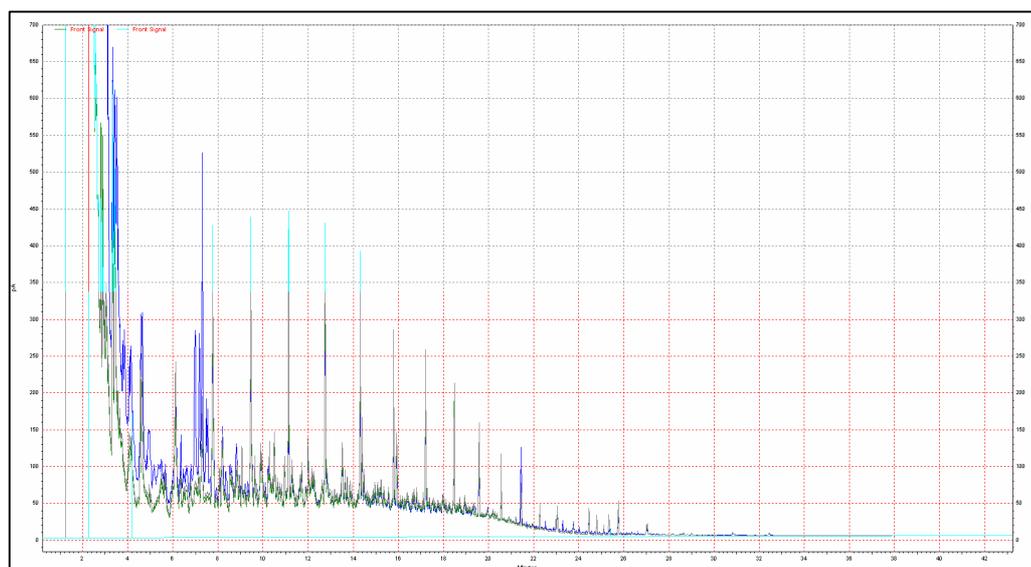


Ilustración 4: Cromatograma obtenido al analizar el material de referencia CRM-359.

ANEXO IV: Análisis material de referencia. CRM-357, CRM-359 y CRM-372

CRM-372	Conc. certificada (mg Kg ⁻¹)	Peso analizado (gramos)	Conc. medida (mg Kg ⁻¹)	Error relativo (%)
TPH	2020 ± 163	1,0287	2042 ± 295	1 %
>C ₁₀ -C ₁₂ (Alifático)	70.9 ± 5.88	1,0287	72,7 ± 4,0	2 %
>C ₁₂ -C ₁₆ (Alifático)	314 ± 6.25	1,0287	288,6 ± 19,7	8 %
>C ₁₆ -C ₂₁ (Alifático)	209 ± 14.0	1,0287	191,9 ± 6,7	8 %
>C ₂₁ -C ₃₅ (Alifático)	460 ± 8.17	1,0287	558,0 ± 16,2	21 %
>C ₁₀ -C ₁₂ (Aromático)	17,1 ± 7.52	1,0287	26,8 ± 4,3	52 %
>C ₁₂ -C ₁₆ (Aromático)	112 ± 40.7	1,0287	113,3 ± 19,4	1 %
>C ₁₆ -C ₂₁ (Aromático)	96,2 ± 15.2	1,0287	96,1 ± 8,1	0,1 %
>C ₂₁ -C ₃₅ (Aromático)	39,4 ± 7.21	1,0287	40,4 ± 7,8	2 %

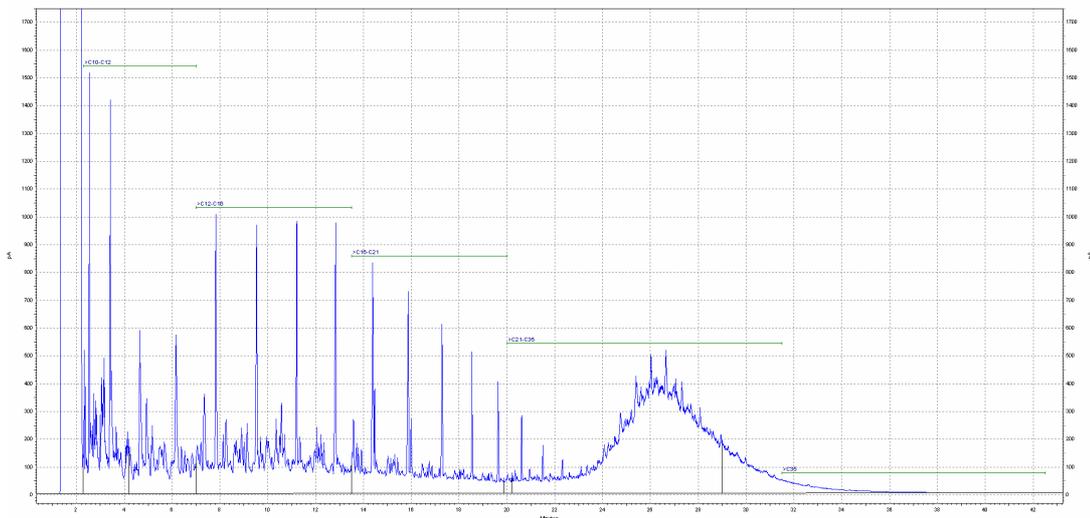


Ilustración 5: Cromatograma obtenido al analizar el material de referencia CRM-372 (alifático).

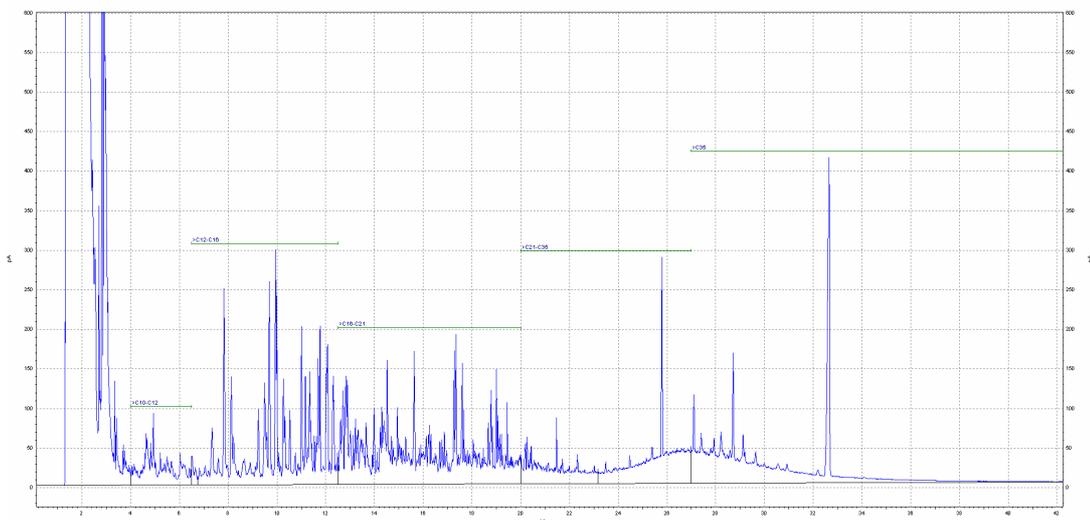


Ilustración 6: Cromatograma obtenido al analizar el material de referencia CRM-372 (aromático).

 Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas	DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DIVISIÓN DE QUÍMICA (DQ)	Código: QM-PT-TC-08
	Edición: 0	
	TIPO PROCEDIMIENTO Determinación de fracciones de hidrocarburos alifáticos y aromáticos en muestras de sedimentos	Página: 25 de 25

ANEXO V: Cálculo de la Incertidumbre

Rango	U(área)	U(masa)	U(FC)	U(vol)	U(rec)	U _C	U _{Exp}
TPH	$7,33 \times 10^{-9}$	$1,34 \times 10^{-4}$	$2,70 \times 10^{-2}$	$5,65 \times 10^{-3}$	$7,38 \times 10^{-2}$	4 %	9 %
>C ₁₀ -C ₁₂ (Alifático)	$1,00 \times 10^{-7}$	$1,34 \times 10^{-4}$	$2,44 \times 10^{-2}$	$5,65 \times 10^{-3}$	$5,14 \times 10^{-2}$	8 %	15 %
>C ₁₂ -C ₁₆ (Alifático)	$5,50 \times 10^{-8}$	$1,34 \times 10^{-4}$	$2,69 \times 10^{-2}$	$5,65 \times 10^{-3}$	$3,55 \times 10^{-2}$	7 %	13 %
>C ₁₆ -C ₂₁ (Alifático)	$3,54 \times 10^{-8}$	$1,34 \times 10^{-4}$	$2,19 \times 10^{-2}$	$5,65 \times 10^{-3}$	$1,96 \times 10^{-2}$	5 %	9 %
>C ₂₁ -C ₃₅ (Alifático)	$1,85 \times 10^{-8}$	$1,34 \times 10^{-4}$	$2,42 \times 10^{-2}$	$5,65 \times 10^{-3}$	$1,13 \times 10^{-2}$	4 %	9 %
>C ₃₅ (Alifático)	$3,87 \times 10^{-8}$	$1,34 \times 10^{-4}$	$2,88 \times 10^{-2}$	$5,65 \times 10^{-3}$	-	5 %	10 %
>C ₁₀ -C ₁₂ (Aromático)	$5,00 \times 10^{-8}$	$1,34 \times 10^{-4}$	$3,23 \times 10^{-2}$	$5,65 \times 10^{-3}$	$8,17 \times 10^{-2}$	11 %	22 %
>C ₁₂ -C ₁₆ (Aromático)	$2,65 \times 10^{-8}$	$1,34 \times 10^{-4}$	$5,17 \times 10^{-2}$	$5,65 \times 10^{-3}$	$8,72 \times 10^{-2}$	13 %	27 %
>C ₁₆ -C ₂₁ (Aromático)	$1,10 \times 10^{-8}$	$1,34 \times 10^{-4}$	$4,81 \times 10^{-2}$	$5,65 \times 10^{-3}$	$4,31 \times 10^{-2}$	10 %	19 %
>C ₂₁ -C ₃₅ (Aromático)	$1,12 \times 10^{-8}$	$1,34 \times 10^{-4}$	$5,08 \times 10^{-2}$	$5,65 \times 10^{-3}$	$9,89 \times 10^{-2}$	15 %	30 %
>C ₃₅ (Aromático)	$1,95 \times 10^{-8}$	$1,34 \times 10^{-4}$	$3,63 \times 10^{-2}$	$5,65 \times 10^{-3}$	-	13 %	25 %