

TD
2ej
FD
2ej.



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLAN

MANUAL DE PROCEDIMIENTOS PARA LA DETERMINACION DE
COMPUESTOS ORGANICOS NO PURGABLES CONTENIDOS EN
RESIDUOS PELIGROSOS, SEGUN LAS NORMAS OFICIALES
MEXICANAS NOM-052-ECOL/93 Y NOM-053-ECOL/93 POR LA TECNICA
DE CROMATOGRAFIA DE GASES Y DETECTORES ECD Y FID.

T E S I S
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE :
INGENIERA QUIMICA
P R E S E N T A :
MARTHA LETICIA PALACIOS ROMANO

ASESOR DE TESIS: Q.M. CECILIA GONZALEZ IBARRA

260652

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

CUAUTITLAN IZCALLI, EDO. DE MEX.

1998



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



UNIVERSIDAD NACIONAL
AVENIDA DE
MEXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLAN
UNIDAD DE LA ADMINISTRACION ESCOLAR
DEPARTAMENTO DE EXAMENES PROFESIONALES



ASUNTO: VOTOS APROBATORIOS

DR. JAIME KELLER TORRES
DIRECTOR DE LA FES-CUAUTITLAN
P R E S E N T E .

AT'N: Ing. Rafael Rodríguez Ceballos
Jefe del Departamento de Exámenes
Profesionales de la F.E.S. - C.

Con base en el art. 28 del Reglamento General de Exámenes, nos permitimos comunicar a usted que revisamos la TESIS:

"Manual de procedimientos para la determinación de compuestos orgánicos no purgables contenidos en residuos peligrosos, según las Normas Oficiales Mexicanas NOM-052-ECOL/93 y NOM-053-ECOL/93, por la técnica de cromatografía de gases y detectores ECD y FID".

que presenta la pasante: Martha Leticia Palacios Romano.
con número de cuenta: 8857204-8 para obtener el TITULO de:
Ingeniera Química.

Considerando que dicha tesis reúne los requisitos necesarios para ser discutida en el EXAMEN PROFESIONAL correspondiente, otorgamos nuestro VOTO APROBATORIO.

A T E N T A M E N T E .
"POR MI RAZA HABLARA EL ESPIRITU"
Cuautitlán Izcalli, Edo. de Méx., a 10 de FEBRERO de 1998.

PRESIDENTE	M. en C. <u>Rene Miranda Ruvalcaba</u>	
VOCAL	Q.M. <u>Cecilia González Ibarra</u>	
SECRETARIO	Q.F.B. <u>José de Jesús Pérez Saavedra</u>	
PRIMER SUPLENTE	M. en C. <u>José Guillermo Penieres Carrillo</u>	
SEGUNDO SUPLENTE	Q.F.B. <u>Elia Granados Enriquez</u>	

**AGRADEZCO
CON AMOR Y CARIÑO.**

A DIOS:

POR ESTAR CONMIGO SIEMPRE Y POR PERMITIRME CONCLUIR CON TAN ANHELADO DESEO, POR ESTA RAZON, TE DEDICO MI TRABAJO Y ESTE BELLO PENSAMIENTO.

NO ME MUEVE MI DIOS PARA QUERERTE
EL CIELO QUE ME TIENES PROMETIDO,
NI ME MUEVE EL INFIERNO TAN TEMIDO
PARA DEJAR POR ESO DE OFENDERTE.

TU ME MUEVES, SEÑOR; MUEVEME VERTE
CLAVADO EN LA CRUZ Y ESCARNECIDO;
MUEVEME VER TU CUERPO TAN HERIDO,
MUEVEME TUS AFRENTAS Y TU MUERTE.

MUEVEME, EN FIN, TU AMOR, Y EN TAL MANERA,
QUE AUNQUE NO HUBIERA CIELO, YO TE AMARA
Y AUNQUE NO HUBIERA INFIERNO, TE TEMIERA.

NO ME TIENES QUE DAR PARA QUE TE QUIERA,
PUES AUNQUE LO QUE ESPERO NO ESPERARA,
LO MISMO QUE TE QUIERO TE QUISIERA.

ANONIMO.

**A MIS PADRES: REYES BALTAZAR PALACIOS MIRANDA
E IRENE ROMANO JIMENEZ.**

POR CONFIAR EN MI, POR SU SACRIFICIO, POR ORIENTAR MIS PASOS EN MI VIDA Y EN MI EDUCACION CON AMOR Y HONESTIDAD, HOY DEVUELVO TAN SOLO UN POCO DE LO QUE TANTO ME HAN BRINDADO, CON EL TERMINO DE ESTE PRESENTE TRABAJO DE TESIS.

**A MIS HERMANAS: MARIA DE LOURDES PALACIOS ROMANO.
SILVIA IRENE PALACIOS ROMANO.
CLAUDIA ELVIRA PALACIOS ROMANO.**

POR APOYARME CON SU TIEMPO, SOLIDARIDAD, COMPRESION Y CARIÑO EN LA REALIZACION DE MI VIDA PERSONAL Y PROFESIONAL.

A MI NOVIO: ANTONIO SALGADO GARCIA.

ESPECIALMENTE, PORQUE CON TU AMOR, TERNURA, DEDICACION Y APOYO, LOGRASTE QUE YO CULMINARA UN SUEÑO, PORQUE SE CONTAMOS INCONDICIONALMENTE EL UNO DEL OTRO, PORQUE ESTE LOGRO LO REALIZAMOS JUNTOS, POR ESTE MOTIVO DESEO QUE TE SIENTAS FELIZ CON NUESTRO EXITO.

TE AMO: MARTHA

INDICE

	PAG.
I.- INTRODUCCION.....	1
2. GENERALIDADES.....	3
2.1 NORMATIVIDAD DE LOS COMPUESTOS ORGANICOS.....	3
2.1.1 LISTADO Y LIMITES MAXIMOS PERMISIBLES DE LA NOM-052/ECOL 93.....	3
2.1.2 CLASIFICACION.....	4
2.2 COMPUESTOS ORGANICOS NO PURGABLES.....	5
2.2.1 DEFINICION.....	5
2.2.2 PROPIEDADES GENERALES.....	5
2.2.3 CLASIFICACION.....	5
2.3 ELABORACION DE METODOLOGIAS DE ANALISIS.....	6
2.3.1 TITULO DEL TEMA.....	6
2.3.2 ALCANCE Y APLICACION.....	6
2.3.2 RESUMEN DEL METODO.....	6
2.3.4 PRECAUCIONES DE SEGURIDAD.....	6
2.3.5 MUESTREO.....	6
2.3.6 INTERFERENCIAS.....	6
2.3.7 EQUIPOS DE LABORATORIO.....	6
2.3.8 MATERIALES Y REACTIVOS.....	7
2.3.9 PROCEDIMIENTO.....	7
2.3.10 CALIBRACION.....	8
2.3.11 CALCULO.....	9
2.3.12 CROMATOGRAMA TIPICO Y DATOS DEL TIEMPO DE RETENCION.....	10
3. PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE LA MUESTRA.....	10
3.1 PREPARACION DE LA MUESTRA DE ACUERDO A LA NOM-053-ECOL/93 (EXTRACTO PECT).....	10
3.2 PREPARACION PRELIMINAR DE MUESTRAS DE FASE LIQUIDA Y SOLIDA PARA SU POSTERIOR ANALISIS.....	18
3.2.1 CONSIDERACIONES GENERALES.....	18
3.2.2 METODOLOGIA PARA LA PREPARACION DE MUESTRAS DE FASE LIQUIDA Y FASE SOLIDA.....	18
3.3 PROCEDIMIENTOS DE EXTRACCION DE COMPUESTOS NO PURGABLES.....	19
3.3.1 EXTRACCION LIQUIDO-LIQUICO EN EMBUDO DE SEPARACION.....	19
3.3.2 EXTRACCION CONTINUA LIQUIDO-LIQUIDO.....	22
3.3.3 EXTRACCION SOXHLET.....	26

3.4 METODO DE LIMPIEZA EN COLUMNA DE FLORISIL.....	28
3.4.1 ALCANCE Y APLICACION.....	28
3.4.2 RESUMEN DEL METODO.....	28
3.4.3 INTERFERENCIAS.....	28
3.4.4 APARATOS Y MATERIALES.....	29
3.4.5 REACTIVOS.....	30
3.4.6 RECOLECCION, PRESERVACION Y TRATAMIENTO DE MUESTRA.....	30
3.4.7 PROCEDIMIENTO.....	30
3.4.8 CONTROL DE CALIDAD.....	30
3.5 PROCEDIMIENTO DE CONCENTRACION DEL EXTRACTO DE LA FASE ORGANICA.....	32
3.5.1 TECNICA DE KUDERNA DANISH (K-D).....	32
3.5.2 TECNICA CON ROTAVAPOR.....	35
3.6 CROMATOGRAFIA DE GASES.....	38
3.6.1 DEFINICION.....	38
3.6.2 PARTES FUNDAMENTALES DE LA CROMATOGRAFIA DE GASES.....	38
3.6.3 RAZONES IMPORTANTES PARA UTILIZAR LA COMATOGRAFIA DE GASES.....	43
4. PROCEDIMIENTO DE ANALISIS PARA COMPUESTOS ORGANICOS NO PURGABLES POR CROMATOGRAFIA DE GASES Y DETECTORES SELECTIVOS.....	44
4.1 METODO DE ANALISIS DE FENOLES POR CG/FID.....	44
4.1.1 ALCANCE Y APLICACION.....	44
4.1.2 RESUMEN DEL METODO.....	44
4.1.3 PRECAUCIONES DE SEGURIDAD.....	44
4.1.4 MUESTREO.....	45
4.1.5 INTERFERENCIAS.....	45
4.1.6 EQUIPO DE LABORATORIO.....	48
4.1.7 MATERIALES.....	48
4.1.8 REACTIVOS.....	48
4.1.9 PROCEDIMIENTO.....	50
4.1.10 CALIBRACION.....	50
4.1.11 CALCULOS.....	50
4.2 METODO DE ANALISIS DE PESTICIDAS ORGANOCORADOS POR CG/ECD.....	52
4.2.1 ALCANCE Y APLICACION.....	52
4.2.2 RESUMEN DEL METODO.....	52
4.2.3 PRECAUCIONES DE SEGURIDAD.....	52
4.2.4 MUESTREO.....	53
4.2.5 INTERFERENCIAS.....	53
4.2.6 EQUIPO DE LABORATORIO.....	56
4.2.7 MATERIALES.....	56
4.2.8 REACTIVOS.....	56
4.2.9 PROCEDIMIENTO.....	57
4.2.10 CALIBRACION.....	57
4.2.11 CALCULOS.....	58

5. PARTE EXPERIMENTAL	60
5.1 APLICACION DE LOS METODOS	60
5.1.1 OBJETIVO GENERAL.....	60
5.1.2 OBJETIVOS ESPECIFICOS.....	60
5.1.3 INTRODUCCION.....	60
5.1.4 METODOLOGIA.....	61
5.1.5 PROCEDIMIENTO PARA DETERMINACION DE PESTICIDAS ORGANOCORADOS.....	61
5.1.6 RESULTADOS.....	61
5.1.7 OBSERVACIONES.....	96
5.1.8 ANALISIS DE RESULTADOS.....	100
5.1.9 PROCEDIMIENTO PARA DETERMINACION DE FENOLES.....	102
5.1.10 RESULTADOS.....	102
5.1.11 OBSERVACIONES.....	137
5.1.12 ANALISIS DE RESULTADOS.....	141
5.2 CONCLUSIONES	143
ANEXO 1. DIAGRAMA DE BLOQUES DE LA EXTRACCION PECT	146
ANEXO 2. LIMPIEZA Y ALMACENAMIENTO DEL MATERIAL DE VIDRIO, PURIFICACION DE REACTIVOS Y DISOLVENTES, Y RECOMENDACIONES IMPORTANTES DE CROMATOGRAFIA.	147
ANEXO 3. PROPIEDADES FISICAS Y QUIMICAS Y TOXICOLOGIA DE LOS COMPUESTOS INCLUIDOS EN EL GRUPO DE PESTICIDAS ORGANOCORADOS Y FENOLES	156
ANEXO 4. DEFINICIONES	163
6. BIBLIOGRAFIA	166

1. INTRODUCCION.

Durante mucho tiempo la principal preocupación del hombre ha sido el poder satisfacer sus necesidades con diversos productos obtenidos a partir de la explotación y aprovechamiento de los recursos naturales.

La explosión demográfica y demanda de tales productos, aunado al avance científico y tecnológico, ha logrado la creación de diferentes industrias en el mundo que por su diferente actividad de producción se han clasificado en industrias de Extracción, Transformación, Servicio y Comercio.

Es cierto que este desarrollo ha generado para el hombre innumerables beneficios, pero es cierto también que ello le ha ocasionado consecuencias muy graves, como es en primer lugar la devastación inconsciente de los recursos naturales, siendo de éstos los más preocupantes los recursos no renovables y, en segundo, lugar la generación de sustancias no deseadas en los diversos procesos industriales llamadas "sustancias de desecho" o "RESIDUOS", considerados como contaminantes cuando en un proceso físico, químico o biológico alteran el medio ambiente causando efectos nocivos en el hombre y cualquier especie viviente.

La Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente (LGEEPA), en su artículo tercero, fracciones XXVII y XXVIII, define a los residuos como cualquier material generado en los procesos de extracción, beneficio, transformación, producción, consumo, utilización control o tratamiento, cuya calidad no permita usarlo nuevamente en el proceso que lo generó" debido a su calidad degradada.

La clasificación de los residuos generados de las diferentes actividades industriales es muy diversa, pero en forma general estas sustancias pueden clasificarse de acuerdo a su composición química en orgánicos e inorgánicos y debido a su efecto nocivo para el hombre se dividen en diferentes tipos que tienen cierto grado de peligrosidad.

Es claro mencionar que los residuos peligrosos son contaminantes que han centrado la atención del estudio por el alto efecto nocivo que tienen sobre la salud humana y porque al incrementarse día a día el desarrollo industrial, se generan un mayor número de estas sustancias.

De acuerdo al Programa para la Minimización y el Manejo Integral de los Residuos Industriales Peligrosos en México, 1996-2000, se calcula que la generación de residuos peligrosos es de 400 000 ton. anuales y de acuerdo al tipo de residuo, los aceites y grasas conjuntamente con los disolventes, representan más del 45% del total de los residuos que se generan en el país. Las resinas, los ácidos y bases representan el 10% y los desechos de pinturas y barnices el 8%.

Las industrias Químicas Básicas, Secundaria y Petroquímica son las principales generadoras de residuos industriales, ya que aportan el 40% del total. Le siguen las industrias metalmecánica y metálica básica con el 10% y la industria eléctrica con el 8%.

La peligrosidad de un residuo se puede determinar de acuerdo con tres factores importantes, los cuales son: en primer lugar, las propiedades físicas y químicas, tratándose de una sustancia química o una mezcla de varias sustancias; en segundo lugar, por su toxicidad, ocupándose en este caso de residuos infecciosos biológicos; y por último, por su biodegradabilidad.

El riesgo de un residuo peligroso depende del grado de daño que podría ocasionar, en función de la exposición humana a él, de su difusión en el ambiente o de la magnitud de los siniestros que puedan ocasionar.

Es por eso que, al evaluar un residuo peligroso se pretende cuantificar la potencia CORROSIVA, REACTIVA, EXPLOSIVA, TOXICA, INFLAMABLE E INFECCIOSA de ellos, en tanto que al evaluar sus riesgos se intenta calcular o estimar la magnitud de sus impactos (Número de individuos posiblemente afectados o dimensión del área que pueda ser dañada).

La generación de determinados compuestos considerados como contaminantes, las características físicas y químicas que deben presentar y la cantidad en las que pueden ser producidas son condiciones que se marcan para darles un seguimiento de normatividad ambiental.

Las normas ambientales son consideradas como "los principios que sirven de reglamento con el objetivo de limitar o prevenir la exposición del ser humano y de alcanzar los objetivos de calidad considerados como aceptables". Estos principios son dirigidos directa o indirectamente a los individuos, a la población y a las entidades o autoridades responsables.

El 25 de Noviembre de 1988 fue publicado en el Diario Oficial de la Federación el reglamento de la Ley General del Equilibrio Ecológico y Protección al Ambiente en materia de residuos peligrosos, el cual establece 7 normas oficiales que precisan determinados requisitos y procedimientos para evitar desequilibrios al medio ambiente, siendo la Procuraduría Federal de Protección al Ambiente (PROFEPA), la encargada, entre otras funciones, de vigilar el cumplimiento de estas normas en México.

A continuación se describen las normas que se tomarán en cuenta en el desarrollo del presente trabajo:

Norma Oficial Mexicana: NOM-052-ECOL-1993. Establece las características de los residuos peligrosos, el listado de los mismos y los límites que hacen a un residuo peligroso por su toxicidad al ambiente.

Norma Oficial Mexicana: NOM-053-ECOL-1993. Establece el procedimiento para llevar a cabo la prueba de extracción para determinar los constituyentes que hacen a un desecho peligroso por su toxicidad al ambiente.

Para la procuraduría Federal de Protección al Ambiente, es importante caracterizar los residuos generados por el sector industrial y, gubernamental, para establecer si los límites exceden las normas antes mencionadas apoyandose en el área de laboratorio, siendo una parte muy importante, puesto que en ella se realiza la caracterización y cuantificación de un residuo peligroso a partir de procedimientos y métodos analíticos que aseguren la obtención de resultados precisos y confiables. Estos métodos y procedimientos analíticos, se encuentran contenidos en manuales que establecen características y condiciones de operación aplicables para la determinación de los parámetros establecidos en la NOM-052-ECOL/93.

Actualmente no se disponen de normas oficiales mexicanas para métodos de análisis en la cuantificación de los parámetros establecidos en la NOM-052-ECOL/93.

Por esta razón se ha realizado en el presente trabajo el MANUAL DE PROCEDIMIENTOS PARA LA DETERMINACION DE COMPUESTOS ORGANICOS NO PURGABLES CONTENIDOS EN RESIDUOS PELIGROSOS, SEGUN LAS NORMAS OFICIALES MEXICANAS "NOM-052-ECOL/93" Y "NOM-053-ECOL/93", POR LA TECNICA DE CROMATOGRAFIA DE GASES CON DETECTORES ECD Y FID.

2. GENERALIDADES.

2.1 NORMATIVIDAD DE LOS COMPUESTOS ORGANICOS.

2.1.1 LISTADO Y LIMITES MAXIMOS PERMISIBLES EN LA NORMA OFICIAL MEXICANA "NOM-052-ECOL/93".

2.1.1.1 ASPECTOS BASICOS:

2.1.1.1.1 OBJETIVO: La Norma Oficial Mexicana "NOM-052- ECOL/93" establece las características de los residuos peligrosos, el listado de los mismos y los límites que hacen peligroso a un residuo por su toxicidad al ambiente (DOF. octubre de 1993).

2.1.1.1.2 CAMPO DE APLICACION: Esta Norma Oficial Mexicana es de observancia obligatoria en la definición y clasificación de residuos peligrosos.

2.1.1.1.3 CARACTERÍSTICAS PARA CONSIDERAR UN RESIDUO PELIGROSO POR SU TOXICIDAD AL AMBIENTE PARA COMPUESTOS ORGANICOS: Cuando se somete a la prueba de extracción para toxicidad conforme a la Norma Oficial Mexicana NOM-053-ECOL/93, el lixiviado de la muestra representativa que contenga cualquiera de los constituyentes listados en las tablas No.1 y No. 2 en concentraciones mayores a los límites señalados en dichas tablas.

T A B L A		No.1
No. DE INE.	CONSTITUYENTES ORGANICOS	CONCENTRACIÓN MÁXIMA PERMITIDA (mg/l)
C.0.01	ACRILONITRILO	5.00
C.0.02	CLORDANO	0.03
C.0.03	o-CRESOL	200.00
C.0.04	m-CRESOL	200.00
C.0.05	p-CRESOL	200.00
C.0.06	ACIDO 2,4 DICLORO-FENOXIACETICO	10.00
C.0.07	2,4-DINITROTOLUENO	0.13
C.0.08	ENDRIN	0.02
C.0.09	HEPTACLORO (Y SU EPOXIDO)	0.008
C.0.010	HEXACLOROETANO	3.00
C.0.011	LINDANO	0.40
C.0.012	METOXICLORO	10.00
C.0.013	NITROBENCENO	2.00
C.0.014	PENTAFLOROFENOL	100.00
C.0.015	2,3,4,6-TETRAFLOROFENOL	1.50
C.0.016	TOXAFENO (CANFENOCLORADO TÉCNICO)	0.50
C.0.017	2,4,5-TRICLOROFENOL	400.00
C.0.018	2,4,6-TRICLOROFENOL	2.00
C.0.019	ACIDO 2,4,5 TRICLOROFENOXI-PROPIONICO (SILVEX)	1.00

TABLA

No.2

No. DE INE.	CONSTITUYENTES ORGANICOS	CONCENTRACION MAXIMA PERMITIDA (mg/l)
C.V.01	BENCENO	5.00
C.V.02	ETER BIS (2,-CLORO ETÍLICO)	0.05
C.V.03	CLOROBENCENO	100.00
C.V.04	CLOROFORMO	6.00
C.V.05	CLORURO DE METILENO	8.60
C.V.06	CLORURO DE VINILO	0.20
C.V.07	1,2-DICLOROBENCENO	4.30
C.V.08	1,4-DICLOROBENCENO	7.50
C.V.09	1,2-DICLOROETANO	0.50
C.V.010	1,1-DICLOROETILENO	0.70
C.V.011	DISULFURO DE CARBONO	14.40
C.V.012	FENOL	14.40
C.V.013	HEXACLOROBENCENO	0.13
C.V.014	HEXACLORO-1,3-BUTADIENO	0.50
C.V.015	ISOBUTANOL	36.00
C.V.016	ETILMETILCETONA	200.00
C.V.017	PIRIDINA	5.00
C.V.018	1,1,1,2-TETRACLOROETANO	10.00
C.V.019	1,1,2,2-TETRACLOROETANO	1.30
C.V.020	TETRACLORURO DE CARBONO	0.50
C.V.021	TETRACLOROETILENO	0.70
C.V.022	TOLUENO	14.40
C.V.023	1,1,1-TRICLOROETANO	30.00
C.V.024	1,1,2-TRICLOROETANO	1.20
C.V.025	TRICLOROETILENO	0.50

2.1.2 CLASIFICACION.

Los compuestos orgánicos contenidos en los residuos peligrosos fueron divididos, principalmente por la propiedad física de presión de vapor, en compuestos orgánicos purgables y no purgables. Dentro de la subclasificación de los compuestos orgánicos purgables encontramos a dos grupos importantes llamados volátiles orgánicos y volátiles orgánicos halogenados. Los compuestos orgánicos no purgables se dividieron en dos grupos identificados como: semivolátiles y no volátiles.

A su vez los compuestos orgánicos semivolátiles se han clasificado de acuerdo a su técnica de extracción en dos grupos importantes conocidos como: ácidos y bases neutros extractables.

2.2 COMPUESTOS ORGANICOS NO PURGABLES.

2.2.1 DEFINICION:

Los compuestos orgánicos no puegables son aquellos que presentan presión de vapor baja y que por consiguiente no pueden volatilizarse fácilmente en condiciones ambientales como sucede contrariamente con los compuestos orgánicos purgables quienes presentan una presión de vapor alta y pueden volatilizarse en condiciones ambientales muy fácilmente.

La determinación de los compuestos orgánicos no purgables es realizada a partir de la técnica de extracción que ofrece una mayor respuesta para la determinación de tales compuestos.

2.2.2 PROPIEDADES GENERALES

Los compuestos orgánicos no purgables presentan las siguientes propiedades:

- a).- Presión de vapor baja.
- b).- Alta estabilidad química.
- c).- Características semipolares y no polares.
- d).- Pesos moleculares altos que van de 100 a 380 u.m.a.
- e).- Baja solubilidad en agua y elevada solubilidad en disolventes orgánicos.
- f).- Una notable resistencia al ataque de los microorganismos.
- g).- Son típicamente volátiles en estándares de columnas capilares que van de 80° a 320°C.

2.2.3 CLASIFICACION.

Una de las principales clasificaciones de los compuestos orgánicos no purgables que se ha establecido para su análisis, lo conforman los siguientes grupos:

- a).- Fenoles.
- b).- Benzodinas.
- c).- Componentes semivolátiles halogenados.
- d).- Éteres halogenados.
- e).- Nitroaminas.
- f).- Nitroaromáticos.
- g).- Ftalatos.
- h).- Hidrocarburos Polinucleares Aromáticos (PAHs).
- y).- Bifenilos Policlorados (PCBs).
- j).- Pesticidas organoclorados.
- k).- Herbicidas.

La determinación de compuestos orgánicos no purgables de este presente trabajo, sólo contemplará los siguientes grupos:

- a).- Fenoles.
- b).- Pesticidas organoclorados.

2.3 ELABORACION DE METODOLOGIAS DE ANALISIS.

Para elaborar una metodología de análisis es necesario contemplar los aspectos que, a continuación se describen.

2.3.1 TITULO DEL TEMA.

Este puede ser conciso pero suficientemente completo para identificar la naturaleza del método que en este caso es Cromatografía de Gases y condiciones para cuando éste es aplicable.

2.3.2 ALCANCE Y APLICACION.

La especificación tan fácil como sea posible del rango de aplicación del método, indicando en un párrafo por separado las sustancias que intervienen o algunas limitaciones significativas del método.

2.3.3 RESUMEN DEL METODO.

Describe el método en general sin profundizar en el procedimiento de análisis del cual sería apropiado tomar en cuenta brevemente lo siguiente:

2.3.3.1 COLUMNA.

El tipo de columna (empacada, tubular, abierta, simple o dual) y el intervalo de temperatura a la cual trabaja (isoterma o con programa de temperaturas).

2.3.3.2 SISTEMA DEL DETECTOR.

El tipo de detector que se utiliza en el método (Conductividad Térmica, Captura de Electrones o Flama Ionizable, etc.).

2.3.3.3 CARACTERISTICAS ESPECIALES.

Por ejemplo lo concerniente al llenado, vaciado o enjuagado de la pirólisis de la muestra.

2.3.4 PRECAUCIONES DE SEGURIDAD

Si el método involucra riesgos debe describirse una advertencia para este efecto. Debe incluirse también resumidamente la naturaleza de los riesgos y medidas de precaución.

2.3.5. MUESTREO.

Las muestras representativas son esenciales para la realización de resultados significativos, esto es importante para una atención cuidadosa que se da para técnicas de muestreo. Incluye instrucciones especiales que pueden ser requeridas para toma de muestras, para preservación de muestras y para especial tratamiento de muestras antes de la inyección.

2.3.6 INTERFERENCIAS.

El método especificará los procedimientos para evitar la presencia de compuestos orgánicos no deseados que representen dificultad en el análisis, así como la información sobre el manejo de sustancias de las cuales se debe tener especial cuidado.

2.3.7 EQUIPOS DE LABORATORIO.

2.3.7.1 Lista y descripción de los equipos:

2.3.7.1.1 La especificación requerida para el funcionamiento de los equipos (El funcionamiento característico es descrito en términos de resolución necesarios para el análisis particular y la selectividad requerida).

2.3.7.1.2 Describe la característica principal de instrumentación fundamentada adecuadamente para conseguir la determinación óptima. Evita el uso de nombres comerciales. Incluye dibujos esquemáticos o fotografías si ello es necesario para clasificar o suplementar el texto. Usar un párrafo separado para cada característica importante de los aparatos, por ejemplo la entrada del sistema de la muestra, adaptación de la columna, control de temperatura, detector (Incluyendo la especificación de la definición de la sensibilidad requerida) recordar escala completa, tiempo de respuesta, cuadro de velocidad, tipo y dimensiones de tubería requerida, por ejemplo aluminio, acero inoxidable, cobre, etc.

2.3.8 MATERIALES Y REACTIVOS.

La lista alfabética de reactivos o materiales requeridos por el método. Para las columnas, lista de materiales que tienen que funcionar satisfactoriamente. Si una columna es requerida para cierto tipo de material no comercialmente disponible, incluir instrucciones para preparación y purificación, establecer la temperatura máxima recomendada que se indica para la fase estacionaria o fases que pueden ser estudiadas.

2.3.8.1 Preparación de columnas: Describe la preparación de la columna o columnas que es o que son satisfactorias para el análisis. Incluye la información concerniente de algunos tratamientos de los soportes sólidos, la fase estacionaria recomendada, el método de columna empacada y establecer éste para la forma deseada (si la técnica especial es requerida, condicionando el procedimiento, alguna estimación de uso de vida de columna. Si distintas columnas son recomendadas, la descripción detallada de sus preparaciones deberán ser localizadas en el apéndice.

2.3.9 PROCEDIMIENTO.

El procedimiento propio de una secuencia de las instrucciones del método se sugiere a continuación:

2.3.9.1 Parámetros instrumentales.

Lista de parámetros en forma tabular. A continuación se indica un formato:

2.3.9.1.1 Detector empleado.

2.3.9.1.2 Columna: Longitud, diámetro externo y diámetro interno o diámetro externo y espesor de la pared.
Porcentaje en peso de la fase estacionaria especificada; soporte sólido especificando también el tamaño de malla y tratamiento, por ejemplo: ácido-base, silanizado y la cantidad, aproximadamente del total de la columna empacada en una.

2.3.9.1.3 condición de los parámetros establecidos en las diferentes partes del sistema cromatográfico.

PARTE	CARACTERISTICAS DE LOS PARAMETROS
Inyector	Temperatura en °C
Detector	Temperatura en °C
Columna operando isotérmicamente	Temperatura en °C

Columna operando con programa de temperatura

Temperatura inicial en °C.
Temperatura final en °C.
Incrementos de temperatura en °C.

Gas acarreador	(especifico)
Dato de flujo	en cm ³ /min o ml/min
Voltaje del Detector	en V(oma)
Intervalo de análisis:	en min
Tamaño de muestra	en µl o (cm ³ , esto si es gas)
Tiempo total de análisis	en min

NOTA 1: El flujo es usualmente medido en la columna o en la salida del detector a presión y temperatura ambiente.

NOTA 2: Un detector de flama ionizable es requerido para ser operado bajo flujos óptimos de hidrógeno y aire, a menos de lo especificado.

NOTA 3: Para detectores de ionización puede ser deseable en "modo split"

2.3.9.2 Condicionamiento y ajuste del equipo:

La preparación y ajuste a las condiciones con las que el equipo necesita trabajar como son las siguientes:

2.3.9.2.1 Conectar la columna capilar al inyector.

NOTA 4: La columna debe tener una preparación antes de ser conectada al equipo de CG.

2.3.9.2.2 Conectar la columna capilar al detector a utilizar.

2.3.9.2.3 Medir el flujo de gas de arrastre (ml/min).

2.3.9.2.4 Checar fugas en todo el equipo.

2.3.9.2.5 Encender el equipo y seleccionar todos los parámetros de operación del equipo dependiendo del método de análisis que se va efectuar.

2.3.9.2.6 Dejar estabilizar el equipo a las condiciones del método de análisis.

2.3.9.2.7 Realizar corridas de blancos, inyectando solvente con el fin de determinar la limpieza del sistema cromatográfico.

2.3.10. CALIBRACION.

Los métodos de cromatografía de gases requieren de un paso de calibración. Describen en detalle el procedimiento de calibración, el estado puro de los componentes o mezclas de estándares que se usaron en base de la medición.

Incluye ecuaciones y describe la preparación de cualquier carta de calibración. Los procedimientos largos, como el desarrollo de ecuaciones complejas o la preparación de mezclas de estándares deseados son presentados por lo general en los anexos. Algunos de los pasos a seguir se muestran a continuación:

2.3.10.1 Inyectar cada uno de los estándares de concentración para determinar su tiempo de retención (t_r) y posteriormente identificarlos para la realización de las curvas de calibración y análisis de muestras.

2.3.10.2 Efectuar la curva de calibración de los estándares requeridos dependiendo del método de análisis, inyectando la mezcla de estándares de cada una de las concentraciones preparadas como mínimo 3 veces.

2.3.11. CALCULO.

El estado de referencia de los puntos (o niveles de la mezcla de estándares), con los cuales se prepara la curva de calibración. Los cálculos se basan en la interpolación en la curva de calibración para cada componente, proporcionando resultados en términos de concentración, por ejemplo mg/l.

Presentar los cálculos en forma de ecuación, usando letras y símbolos para designar los valores de las variables y valores numéricos de las constantes. Define la letra y símbolo en una leyenda inmediatamente seguida del cálculo de la ecuación.

2.3.12 CROMATOGRAMA TIPICO Y DATOS DEL TIEMPO DE RETENCION.

Presentar el cromatograma como una gráfica del tiempo de retención (en minutos) contra el dato de la respuesta del detector (en unidades mv). Identificar los picos e indicar en un paréntesis la atenuación para cada pico.

NOTA 5: Si se requiere determinar los tiempos de retención relativos, se utiliza un gas inerte (gas acarreador). El aire es comúnmente usado como el gas acarreador cuando se utiliza el detector de conductividad térmica, mientras que el metano es usado como gas comburente para encender la flama del detector.

3. PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE LA MUESTRA.

3.1 EXTRACCION DE LA MUESTRA DE ACUERDO A LA NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-053-ECOL/93 (EXTRACTO PECT).

3.1.1 OBJETIVO.

Esta norma oficial mexicana establece el procedimiento para llevar a cabo la prueba de extracción para determinar los constituyentes semivolátiles que hacen a un residuo peligroso al ambiente. (PECT).

3.1.2 CAMPO DE APLICACION.

Esta norma oficial mexicana es de observancia obligatoria en la generación y manejo de residuos peligrosos.

3.1.3 REFERENCIAS.

NOM-052-ECOL/93. Que establece las características de los residuos peligrosos, el listado de los mismos y los límites que hacen a un residuo peligroso por su toxicidad al ambiente.

3.1.4 DEFINICIONES.

3.1.4.1 Agua desionizada o desmineralizada. El agua que no presenta interferencias en las determinaciones de los constituyentes que se van a analizar.

3.1.4.2 Porcentaje de sólidos. La fracción de una muestra que se retiene en el filtro al aplicar el procedimiento de filtración.

3.1.4.3 Prueba de extracción (PECT). El procedimiento de laboratorio que permite determinar la movilidad de los constituyentes de un residuo que lo hacen peligroso por su toxicidad al ambiente.

3.1.5 RESUMEN DEL METODO.

3.1.5.1 El método PECT se resume en forma simplificada como se muestra en el anexo 1.

3.1.5.1.1 Para residuos líquidos (es decir aquellos que contienen menos del 0.5% de material sólido seco) después de la filtración a través de un filtro de fibra de vidrio de 0.6 a 0.8 micrómetros (μm), el filtrado se define como el extracto PECT.

3.1.5.1.2 Para residuos que contienen 0.5% o más de sólidos, el líquido se separa de la fase sólida y se preserva para su posterior análisis; el tamaño de partícula de la fase sólida, se reduce en caso de ser necesario. La fase sólida se lleva al proceso de extracción con una cantidad del reactivo de extracción igual a 20 veces el peso de los sólidos. El reactivo de extracción empleado estará en función de la alcalinidad de la fase sólida y del tipo de residuo analizado.

3.1.5.1.3 Si la fase líquida inicial del residuo y el extracto son compatibles (es decir, al combinarse no forman fases múltiples), se pueden mezclar y analizar juntos. Si son incompatibles, se analizan separadamente y los resultados se combinan matemáticamente para obtener una concentración promedio en volumen.

3.1.5.1.4 Si al efectuarse un análisis fisicoquímico completo del residuo en cuestión no se encuentran en el mismo los constituyentes regulados en la NOM051-ECOL/93, o están presentes a bajas concentraciones de modo que no rebasen en los límites máximos permisibles, no es necesario llevar a cabo la prueba de extracción.

3.1.6 MUESTREO, PRESERVACION Y MANEJO DE MUESTRAS.

3.1.6.1 Para llevar a cabo las pruebas de extracción de los constituyentes volátiles y no volátiles de un residuo, deberán tomarse previamente las muestras del mismo, de acuerdo con los siguientes requisitos:

3.1.6.1.1 Se deben coleccionar en los términos de la norma oficial mexicana aplicable, un mínimo de 2 muestras representativas del residuo a analizar, la primera muestra se emplea para las pruebas preliminares, la segunda se emplea para la extracción.

3.1.6.1.2 Las muestras y los extractos obtenidos deben ser preparados para el análisis tan pronto como sea posible. Si se requiere preservación, esta debe ser mediante refrigeración a 4°C y por un período máximo de 14 días.

3.1.6.1.3 Cuando el residuo va a ser evaluado para compuestos volátiles, se debe tener cuidado para minimizar las pérdidas de éstos. Las muestras deberán ser recolectadas y preservadas de modo que se prevenga la pérdida de compuestos volátiles (por ejemplo tomarse en frascos sellados y preservados a 4°C.).

3.1.6.1.4 Los extractos o porción de ellos para la determinación de metales, deben acidificarse con ácido nítrico a un pH menor de 2, si hay precipitación véase el numeral 10.15.1 de esta norma.

3.1.6.1.5 En ningún caso se le deben agregar sustancias para preservar la muestra antes de la extracción.

3.1.7 APARATOS Y MATERIALES.

3.1.7.1 Aparato de agitación: Debe ser capaz de rotar los recipientes de extracción de arriba para abajo a 30 ± 2 RPM (véase anexo 2).

3.1.7.2 Recipientes de extracción.

3.1.7.2.1 Extracción de compuestos volátiles.

3.1.7.2.2 Extracción de compuestos no volátiles.

3.1.7.2.2.1 Se necesitan frascos con suficiente capacidad para contener la muestra y el reactivo de extracción. No es necesario que estos frascos queden completamente llenos, pueden ser de diferentes materiales, dependiendo de los constituyentes a analizar y de la naturaleza del residuo. Cuando se van a evaluar los constituyentes inorgánicos, los frascos deben ser de vidrio borosilicado. Si son de plástico sólo podrán ser de politetrafluoroetileno (PTFE). Cuando se usa este tipo de frascos, el aparato de filtración descrito se utiliza para la separación inicial líquido-sólido y para la filtración del extracto inicial.

3.1.7.3 Equipo de filtración: Es recomendable que todas las filtraciones se lleben a cabo en una campana de extracción.

3.1.7.3.1 Equipo de filtración para residuos con constituyentes volátiles.

3.1.7.3.2 Equipo de filtración para residuos con constituyentes no volátiles: Se puede utilizar cualquier porta-filtros capaz de soportar un filtro de fibra de vidrio y la presión requerida para lograr la separación. Estos equipos deben tener un volumen mínimo interno de 300 ml. y estar equipados para recibir un tamaño de filtro mínimo de 47 mm. (es mejor utilizar porta-filtro con una capacidad interna de 1.5 l equipados para recibir un filtro de 142 mm de diámetro).

3.1.7.3.3 Material de construcción: Los recipientes de extracción y equipos de filtración deberán ser de material inerte que no lixivie o absorba los componentes del residuo.

3.1.7.4 Filtros: Los filtros deberán estar hechos de fibra de vidrio borosilicada, sin aglutinantes y tener un tamaño efectivo de poro de 0.6 a 0.8 μm o equivalente. No deben usarse pre-filtros. Cuando se evalúe la movilidad de metales, cada uno de los filtros debe someterse a un lavado ácido antes de usarse, enjuagando con ácido nítrico 1 N seguido por 3 enjuagues consecutivos de 1 litro de agua grado reactivo.

3.1.7.5 Potenciómetro: El medidor de pH deberá tener una exactitud de ± 0.05 unidades a 25 °C.

3.1.7.6 Equipos para recolectar los extractos del VMC. Se pueden analizar bolsas TEDLAR, jeringas térmicas de vidrio, acero inoxidable o PTFE para recolectar la fase inicial líquida y el extracto final del residuo.

3.1.7.7 Equipos para la transferencia del reactivo de extracción al VMC.

3.1.7.8 Balanza de laboratorio: Se puede utilizar cualquier balanza de laboratorio con una exactitud de ± 0.01 g.

3.1.7.9 Vasos de precipitado o matraces Erlenmeyer de vidrio de 250 a 500 ml.

3.1.7.10 Parrilla de calentamiento.

3.1.7.11 Vidrio de reloj: Del diámetro apropiado para cubrir el vaso de precipitado o el matraz Erlenmeyer.

3.1.7.12 Agitador magnético.

3.1.7.13 Estufa con control de temperatura para trabajar a 100 ± 5 °C.

3.1.7.14 Desecador.

3.1.8 REACTIVOS.

3.1.8.1 Agua desionizada o desmineralizada.

3.1.8.1.1 El agua grado reactivo para extracción de volátiles puede generarse pasando agua destilada a través de un filtro que contenga 500 g de carbón activado

3.1.8.2 Acido clorhídrico HCl (1.0 N).

3.1.8.3 Acido nítrico HNO₃ (1.0 N).

3.1.8.4 Hidróxido de sodio NaOH (1.0 N).

3.1.8.5 Acido acético glacial $\text{CH}_3\text{-COOH}$, grado reactivo analítico.

3.1.8.6 Reactivos de extracción.

3.1.8.6.1 Reactivos de extracción 1: Añada 5.7 ml de ácido acético glacial a 500 ml de agua desionizada o desmineralizada, añada 64.3 ml de NaOH 1N y afore a un litro. Cuando se prepara en forma correcta, el pH de este reactivo es de 4.93 ± 0.05 .

3.1.8.6.2 Reactivo de extracción 2: Diluir 5.7 ml. de ácido acético con agua desionizada o desmineralizada a un volumen de 1 litro. Cuando se prepara en forma correcta, el pH es de 2.88 ± 0.05 .

Los reactivos de extracción deben ser verificados frecuentemente. El pH debe verificarse antes de usar el reactivo para asegurar que sea el correcto. Si se encuentran impurezas o el pH no está dentro de los límites, se debe desechar el reactivo y preparar uno nuevo.

3.1.9 EVALUACIONES PRELIMINARES.

Se deben llevar a cabo evaluaciones preliminares de PECT en una alícuota de la muestra del residuo de un mínimo de 100 g. Esta alícuota se emplea únicamente para las evaluaciones preliminares que incluyen:

3.1.9.1 Determinación del porcentaje de sólido.

3.1.9.1.1 Si el residuo no produce líquido cuando está sujeto a la presión de filtración (es decir, es 100 % sólido) proceda según el numeral 3.1.9.3.

3.1.9.1.2 Si la muestra es líquida o de varias fases, se requiere la separación sólido-líquido para hacer la determinación preliminar del porcentaje de sólidos, esto involucra el equipo de filtración descrito en el numeral 3.1.7.3.2 de esta norma.

3.1.9.1.2.1 Pese el filtro y el recipiente que recibirá el filtrado.

3.1.9.1.2.2 Ensamble el porta filtros y coloque el filtro en el soporte y asegúrelo.

3.1.9.1.2.3 Pese una parte de la muestra del residuo (100 g mínimo y registre el peso).

3.1.9.1.2.4 Los residuos que sedimentan lentamente pueden centrifugarse antes de la filtración. La centrifugación se usará solamente como una ayuda de filtración. Si se usa primero el líquido debe ser decantado y filtrado, y después filtrar la porción sólida.

3.1.9.1.2.5 Transfiera cuantitativamente la muestra de residuo al equipo de filtración. Vierta la muestra en forma uniforme sobre la superficie del filtro.

Si más del 1 % de la muestra se ha adherido al recipiente usado para transferirla al aparato de filtración, determine el peso de este residuo y réstelo del peso de la muestra determinada en el numeral 3.1.9.1.2.3 de esta norma, para conocer el peso efectivo del residuo que se filtró.

Aplique gradualmente vacío o presión de 0.07- 0.7 Kg/cm², hasta que el aire o el gas de presurización pase a través del filtro. Si este punto no se alcanza a 0.7 Kg/cm², y si no pasa el líquido

adicional por el filtro, en un intervalo de 2 minutos lentamente incremente la presión en intervalos de 0.7 Kg/cm² hasta un máximo de 3.5 Kg/cm².

Cuando el gas de presurización comienza a pasar por el filtro, o cuando sea el flujo de líquido a 3.5 Kg/cm² y en un periodo de 2 minutos no hay filtrado adicional, se detiene la filtración.

3.1.9.1.2.6 El material retenido en el filtro se define como la fase sólida del residuo y el filtrado como la fase líquida.

Algunos residuos, como los aceitosos y de pintura, contienen material que tiene la apariencia de líquido. Pero si después de aplicar el vacío o presión en el punto 3.1.9.1.2.5 de esta norma, este residuo no pasa a través del filtro, se clasifica como sólido. No reemplace el filtro original con un nuevo. Use únicamente un filtro.

3.1.9.1.2.7 Determine el peso de la fase líquida, restando el peso del recipiente vacío, del peso total del recipiente con filtrado. Determine el peso de la fase sólida de la muestra restando el peso de la fase líquida del peso total de la muestra, según se determinó en los numerales 3.1.9.1.2.3 o 3.1.9.1.2.5 de esta norma.

Calcule el porcentaje de sólidos como sigue:

$$\text{Porcentaje de sólido} = \frac{\text{Peso del sólido (3.1.9.1.2.7)}}{\text{Peso total de residuo (3.1.9.1.2.3 o 3.1.9.1.2.5)}} \times 100$$

3.1.9.1.2.8 Si el porcentaje de sólidos determinados en el punto 3.1.9.1.2.7 de esta norma, es igual o mayor que 0.5% prosiga, ya sea para determinar si el material sólido requiere reducción de tamaño de partícula, según los numerales 3.1.9.3 o 3.1.9.2, si se observa el filtrado está húmedo.

3.1.9.1.2.9 Si el porcentaje de sólidos determinado en el punto 3.1.9.1.2.7 es menor que 0.5% prosiga en el numeral 3.1.10.10 si se van a determinar los constituyentes no volátiles y con el punto 3.1.11 con una nueva porción de muestra si se van a determinar los constituyentes volátiles.

3.1.9.2 Determinación del porcentaje de sólidos secos.

3.1.9.2.1 Remueva la fase sólida y el filtro del aparato de filtración.

3.1.9.2.2 Seque el filtro con el sólido a $100 \pm 5^\circ\text{C}$ hasta que dos pesadas sucesivas no varíen en $\pm 1\%$. Registre el peso final.

3.1.9.2.3 Calcule el porcentaje de sólidos secos como sigue:

$$\text{PORCIENTO DE SÓLIDOS SECOS} = \frac{(\text{Peso del sólido seco más filtro}) - \text{peso del filtro} \times 100}{\text{Peso inicial del residuo (3.1.9.1.2.3 o 3.1.9.1.2.5)}}$$

3.1.9.2.4 Si el porcentaje de sólidos secos es menor que 0.5% prosiga según el numeral 3.1.10 si se va a realizar la prueba para constituyentes no volátiles y 3.1.11 si se realiza la prueba para volátiles. Si el porcentaje de sólidos secos es mayor o igual a 0.5% y si la prueba de no volátiles se lleva a cabo, tome una porción fresca del residuo, determine si la reducción de tamaño de la partícula es necesaria según el numeral 3.1.9.3 de esta norma y seleccione el reactivo de la extracción apropiado, según el punto 3.1.9.4 de esta norma.

3.1.9.3 Determinación de si el residuo requiere reducción del tamaño de la partícula. Se debe proceder a triturar o moler los sólidos obtenidos en el numeral 3.1.9.1.2.7 de esta norma, si tienen una área menor de 3.1 cm²/g o un mayor tamaño mayor a 1 m (es decir, cuando no pasa un tamiz estándar de 9.5 mm).

3.1.9.4 Selección del reactivo de extracción apropiada.

La PECT para constituyentes volátiles usa inicialmente el reactivo de extracción 1, según el numeral 3.1.8.6.1 de esta norma, por lo tanto, si no se requiere extracción de no volátiles prosiga según el punto 3.1.11.

Para realizar la extracción de los constituyentes no volátiles, determine el reactivo apropiado según los numerales 3.1.8.6.1 y 3.1.8.6.2 de esta norma como sigue:

3.1.9.4.1 Pese una fracción de la fase sólida, reduzca (si es necesario) a un tamaño de partícula aproximadamente 1 mm de diámetro o menos y transfiera 5.0 g a un matraz Erlenmeyer o a un vaso de precipitado.

3.1.9.4.2 Añada 96.5 ml de Agua desionizada o desmineralizada al matraz o vaso de precipitado, cubra con un vidrio de reloj y agite vigorosamente por 5 minutos, usando un agitador magnético. Mida el pH. Si el pH es menor de 5.0, use el reactivo de extracción 1 prosiga según el punto 3.1.10 de esta norma.

3.1.9.4.3 Si el pH del numeral 3.1.9.4.2 es mayor de 5 añada 3.5 ml de HCl 1N, mezcle y cubra con un vidrio de reloj, caliente a 50°C y mantenga esta temperatura por 10 minutos.

3.1.9.4.4 Deje la solución enfriar a temperatura ambiente y mida el pH. Si este es menor de 5.0 use el reactivo de extracción 1. Si es mayor de 5 use el reactivo de extracción 2. Prosiga según el numeral 3.1.10 de esta norma.

3.1.10 PROCEDIMIENTO PARA DETERMINAR LOS CONSTITUYENTES NO VOLATILES.

3.1.10.1 Se recomienda un tamaño mínimo de muestra de 100 g. Si la cantidad generada por una extracción PECT no es suficiente para llevar a cabo todos los análisis, se debe realizar más de una extracción y combinar los extractos.

3.1.10.2 Si el residuo no produce líquido, cuando se sujeta a una filtración (100% sólido) pese una porción de la muestra (100 gramos mínimo y prosiga según el punto 3.1.10.10 de esta norma).

3.1.10.3 Si la muestra es líquida o multifásica, se requiere una separación líquido-sólido. Esto involucra el aparato de filtración descrito en el numeral 3.1.7.3.2 de esta norma y continuar según el numeral 3.1.10.9.

3.1.10.4 Pese el recipiente que recibirá el filtrado.

3.1.10.5 Ensamble el porta-filtro y coloque el filtro en el soporte y asegúrelo. Si se va evaluar la movilidad de metales, es necesario hacer un lavado ácido (véase numeral 3.1.7.4 de esta norma).

3.1.10.6 Pese una fracción de muestra (100 g mínimo). Si el residuo contiene de 5% de sólidos secos, la porción líquida del residuo, después de la filtración, se define como el extracto PECT. Por lo tanto, se debe filtrar suficiente muestra para que la cantidad del líquido filtrado alcance para realizar todos los análisis requeridos. Para residuos que contienen más del 0.5% de sólidos secos, use la información del porcentaje de sólidos obtenidos conforme al numeral 3.1.9.1 de esta norma, para determinar el tamaño óptimo de la muestra (100 g mínimo) que se llevará a filtración.

3.1.10.7 Permita que la fase sólida sedimente. Los residuos que sedimenten lentamente pueden centrifugarse antes de la filtración.

3.1.10.8 Transfiera cuantitativamente la muestra del residuo (fase líquida y sólida) al equipo de filtración (véase numeral 3.1.7.3.2 de esta norma). Vierta la muestra en forma uniforme sobre la superficie del filtro.
Siga el procedimiento indicado en el numeral 3.1.9.1.2.5 de esta norma.

3.1.10.9 El material en el porta-filtros se define como la fase sólida del residuo, el filtrado como la fase líquida. Pese el filtrado. La fase líquida puede ser analizada o preservada a 4°C y un tiempo máximo de 14 días.

3.1.10.10 Si el residuo contiene menos de 0.5% de sólidos secos prosiga según el numeral 3.1.10.14 de esta norma. Si el residuo contiene más de 0.5% de sólidos secos y fue necesaria la reducción de tamaño de partícula, prosiga según el numeral 3.1.10.11 de esta norma. Si el residuo pasa el tamiz de 9.5 μ m, transfiera cuantitativamente el material sólido a un frasco de extracción junto con el filtro (usado para separar la fase líquida inicial de la fase sólida) y prosiga según el numeral 3.1.10.12.

3.1.10.11 Prepare la porción sólida del residuo para extracción, como se describe en el numeral de esta norma. Cuando el tamaño de la partícula este preparada adecuadamente, transfiera cuantitativamente el material sólido a una botella de extracción. Incluya el filtro usado para separar el líquido inicial de la fase sólida.

3.1.10.12 Determine la cantidad del reactivo de extracción necesario como sigue:

$$\text{Peso del reactivo de extracciones} = \frac{20 \times \% \text{ de sólidos} \times \text{peso de la muestra filtrada}}{100}$$

Lentamente añada la cantidad del reactivo de extracción calculada al recipiente de extracción. Cierre el frasco herméticamente (es recomendable que se use cinta de teflón para asegurar un buen sello). Coloque el recipiente en el equipo de agitación rotatorio y haga girar a 30 ± 2 RPM durante \pm dos horas. La temperatura deberá mantenerse a $23 \pm 2^\circ\text{C}$ durante el periodo de extracción.

Conforme la agitación continúa se pueden generar gases que ejercen presión dentro del frasco extractor. Para aliviar el exceso de presión, el frasco puede abrirse en una campana de extracción periódicamente (por ejemplo: cada 15 min, 30 min y una hora).

3.1.10.13 Después de las 18 ± 2 horas de extracción, separe el material en el recipiente de extracción, en sus componentes líquido y sólido por medio de filtración a través de un filtro de fibra de vidrio nuevo, los filtros deberán tener un lavado ácido si se evalúa la movilidad de los metales.

3.1.10.14 Preparación del extracto obtenido.

3.1.10.14.1 Si el residuo no contiene fase líquida inicial, el líquido filtrado obtenido en el numeral 3.1.10.12 de esta norma, se define como el extracto PECT. Proseguir según el numeral 3.1.10.15.

3.1.10.14.2 Si los líquidos son compatibles, combinar el líquido filtrado resultante en el numeral 3.1.10.13 de esta norma, con el líquido inicial del residuo obtenido en el numeral 10.1.10.9. Este líquido combinado se define como el extracto PECT. Prosiga según el numeral 3.1.10.15 de esta norma.

3.1.10.14.3 Si la fase líquida inicial del residuo, obtenida en el numeral 3.1.10.8 de esta norma, no es o no puede ser compatible con el líquido filtrado resultante del numeral 3.1.10.13. No combine los líquidos, analice por separado cada uno y combine los resultados matemáticamente, como se describe en el numeral 3.1.10.15.3

3.1.10.15 Después de colectar el extracto PECT. Se deberá medir el pH. Preserve el extracto para análisis. Las alícuotas para metales deben acidificarse con ácido nítrico a un pH menor a 2.

3.1.10.15.1 Prueba para detectar precipitación.

A una pequeña porción del extracto se agregan unas gotas de ácido nítrico, si se presenta precipitación el resto del extracto no se debe acidificar y deberá analizarse lo antes posible. En caso que no se presente precipitación, las demás alícuotas deberán ser preservadas a 4°C y 14 días máximo hasta que vayan a ser analizadas conforme a las normas oficiales mexicanas correspondientes.

3.1.10.15.2 Los extractos PECT que se analizan para metales, deben digerirse en ácido nítrico excepto en aquellos casos donde la digestión causa la pérdida de constituyentes metálicos. Si antes de la digestión el extracto muestra que cualquier constituyente controlado según la norma oficial mexicana NOM-052-ECOL/1993, excede el nivel de tolerancia, automáticamente el residuo se considera peligroso y no es necesaria la extracción.

3.1.10.15.3 Si las fases individuales van a ser analizadas separadamente, determine el volumen de la fase individual ($\pm 0.5\%$), realice los análisis requeridos y combine los resultados matemáticamente, usando un promedio volumen-peso como se indica:

$$(V_1)(C_1) + (V_2)(C_2)$$

$$\text{Concentración final del constituyente} = \frac{(V_1)(C_1) + (V_2)(C_2)}{V_1 + V_2}$$

Donde:

V_1 = El volumen del primer extracto (l).

C_1 = La concentración del constituyente de interés en el primer extracto (mg/l).

V_2 = El volumen del segundo extracto (l).

C_2 = La concentración del constituyente de interés en el segundo extracto (mg/l).

3.1.10.16 Compare la concentración de los constituyentes en el extracto PECT con los niveles máximos permisibles señalados en la norma oficial mexicana NOM-052-ECOL/1993.

3.2 PREPARACION PRELIMINAR DE MUESTRAS DE FASE LIQUIDA Y FASE SOLIDA PARA SU POSTERIOR ANALISIS.

3.2.1 CONSIDERACIONES GENERALES:

La aplicación de una metodología para la preparación de una muestra para su posterior análisis depende básicamente de dos aspectos importantes los cuales son:

- 1.- El conocimiento previo que se tenga acerca de la muestra.
- 2.- Los métodos de preparación y análisis que son establecidos por el analista y que depende en gran parte de su experiencia y criterio para lograr buenos resultados.

3.2.1.1 CONOCIMIENTO PREVIO DE LA MUESTRA

3.2.1.1.1 ESTADO FISICO DE LA MUESTRA

En el conocimiento preparativo de la muestra el estado físico juega un papel muy importante, pues de esto dependerá el tratamiento que se le de para obtener una respuesta de análisis lo mejor posible.

Dentro del estado físico las categorías generales de fases en cuanto a la muestra pueden clasificarse de la siguiente forma:

- a).- Acuosa.
- b).- Muestras con sedimentos.
- c).- Muestra multifase.
- d).- Aguas subterráneas.
- e).- Aceites y líquidos orgánicos.
- f).- Sólidos.
- g).- Extractos para determinar los constituyentes que hacen a un residuo peligroso por su toxicidad al ambiente.

El presente trabajo se refiere a la identificación de los extractos para determinar los constituyentes semivolátiles que hacen a un residuo peligroso al ambiente y que son obtenidos a partir de un procedimiento de lixiviación de acuerdo a la Norma Oficial Mexicana NOM-053-ECOL/93 y muestras en estado sólido.

3.2.2 METODOLOGIA PARA LA PREPARACION DE MUESTRAS DE FASE LIQUIDA Y FASE SOLIDA.

El extracto PECT es considerado como muestra de fase acuosa, por lo tanto es sometido a los métodos de extracción con solvente orgánico, limpieza (si la muestra así lo requiere) y de concentración que se establecen en forma general para la fases acuosa.

3.2.2.1 EXTRACCION CON SOLVENTE ORGANICO

Los métodos de extracción con solventes orgánicos se aplicarán dependiendo de la fase en la que se presente la muestra. El presente trabajo se basa en la aplicación de métodos para fases acuosas y fases sólidas

3.2.2.1.1 EXTRACCION CON SOLVENTE ORGANICO PARA MUESTRAS EN FASE ACUOSA.

Los métodos de extracción con solvente orgánico para muestras en fase acuosa puede ser dividida en dos métodos básicos y su utilización dependerá de la formación de emulsiones que se presenten en la muestra.

La extracción con embudo de separación es apropiada para muestras en las cuales no hay persistencia de emulsión en la interfase entre la muestra y la extracción del solvente.

La extracción continua líquido-líquido se emplea en muestras que forman emulsiones que no pueden descomponerse por técnicas mecánicas, minimizando así su formación.

El extracto del solvente obtenido para desarrollar cualquiera de los métodos mencionados anteriormente a un pH básico o neutro contendrán los componentes básico-neutro de interés como es el caso de los compuestos orgánicos semivolátiles, mientras que el extracto obtenido a un pH menor o igual a 2 contendrán los fenoles y ácidos extractables.

3.2.2.1.2 EXTRACCION CON SOLVENTE ORGANICO PARA MUESTRAS EN FASE SOLIDA.

El método de extracción con Soxhlet es muy utilizado para la separación de compuestos semivolátiles de fases sólidas.

3.2.2.2 LIMPIEZA DE LA FASE ORGANICA.

Los procedimientos de limpieza de la muestra son recomendados para eliminar algún determinado grupo de compuestos que más adelante podrían ocasionar problemas de interferencia en el análisis cromatográfico, para eliminar cualquier presencia de fase sólida y para eliminar el porcentaje de humedad.

3.2.2.3 CONCENTRACION DE LA FASE ORGANICA.

El objetivo principal de la concentración de la muestra es eliminar el exceso del solvente que se utilizó para extraer los compuestos de la muestra y de esta forma cambiar la matriz de análisis con otro disolvente más óptimo. El procedimiento para lograr la concentración del solvente es utilizando un equipo llamado rotavapor o el equipo del Kuderna Danish.

El presente trabajo utilizó como equipo concentrador de la fase orgánica al Rotavapor.

3.3 PROCEDIMIENTOS DE EXTRACCION DE COMPUESTOS NO PURGABLES.

3.3.1 EXTRACCION LIQUIDO-LIQUIDO EN EMBUDO DE SEPARACION.

3.3.1.1 ALCANCE Y APLICACION.

3.3.1.1.1 El método de extracción líquido-líquido en embudo de separación es designado para cuantificar extractos de componentes no purgables de muestras líquidas usando técnicas estándares de embudo de separación. La muestra y el solvente extractor deben ser inmiscibles para obtener la recuperación de todos los compuestos de interés. Subsecuentemente los métodos de limpieza y detección son descritos en el método orgánico analítico que se utilizó para analizar el extracto.

3.3.1.2 RESUMEN.

3.3.1.2.1. Las muestras se ajustan a un pH de extracción específico y son extraídas con el solvente apropiado. El cloruro de metileno se debe emplear cuando el solvente no es especificado. El pH de extracción y solvente que se usó deberán ser listados en cada método analítico referido. Las muestras son extraídas en tres tiempos, y los extractos combinados son secados en la columna de florisil (descrito en el punto 3.4) y concentrado en el equipo Kuderna Danish o en el rotavapor descrito en el punto 3.5).

3.3.1.3. INTERFERENCIAS.

3.3.1.3.1 El procedimiento de blanco deberá realizarse para los compuestos de interés antes de que se use en este método. El nivel de interferencias deberá estar por debajo del límite de detección del método antes que este método sea efectuado con muestras actuales.

3.3.1.3.2 Un procedimiento más extensivo necesario que está fuera de este método es la purificación del reactivo (ver anexo No. 2).

3.3.1.3.3 Los procedimientos para remover los compuestos interferentes coextraídos de los compuestos de interés. Son descritos en los métodos analíticos referentes.

3.3.1.4 APARATOS Y MATERIAL.

3.3.1.4.1 Embudo de separación: De 2 litros, con llave de teflón.

3.3.1.4.2 Papel indicador pH: Con un intervalo que incluya el intervalo de pH para la extracción deseada o pHmetro.

3.3.1.5. REACTIVOS.

3.3.1.5.1 La especificación de los reactivos para ser empleados en este método puede ser listado bajo los métodos analíticos orgánicos que serían analizados para el extracto. Revisando el método analítico para la extracción específica de los reactivos.

Si un reactivo específico de extracción no es listado para los componentes de interés el cloruro de metileno puede ser usado.

3.3.1.5.2 El solvente de elección puede ser apropiado para el método de cuantificación para ser usado y esto daría un coeficiente de partición, analito a solvente, de más de 1 a 1000.

3.3.1.5.3 Hidróxido de sodio (ACS), 10 N en agua destilada.

3.3.1.5.4 Acido sulfúrico (1:1). Mezclar volúmenes iguales del ácido concentrado H_2SO_4 (ACS) con agua destilada.

3.3.1.5.5 Agua destilada.

3.3.1.5.6 Cloruro de metileno, grado pesticida o equivalente.

3.3.1.6 COLECCION, PRESERVACION Y MANEJO DE MUESTRA.

3.3.1.6.1 Seguir la técnica convencional de muestreo que marca la Norma Oficial Mexicana NOM-AAA-15-1985.

Todas las muestras deberán ser refrigeradas a 4°C desde el momento de la recolección hasta la extracción.

Todas las muestras deberán ser extraídas dentro de los 7 días posteriores a su recolección y analizadas dentro de los 20 posteriores a la extracción.

3.3.1.7 PROCEDIMIENTO.

3.3.1.7.1 EXTRACCION CON SOLVENTE ORGANICO.

3.3.1.7.1.1 Transferir un litro de muestra en un embudo de separación. Si la disposición de la muestra es menor a un litro, o si se esperan concentraciones altas, utilizar un volumen pequeño de muestra, y si es necesario, adicione agua destilada hasta que el volumen de la muestra sea disponible para la extracción.

3.3.1.7.1.2 Ajustar el pH de la muestra como se indica en el método de referencia.

3.3.1.7.1.3 Adicionar 60 ml del solvente apropiado, como se indica en el método de referencia.

3.3.1.7.1.4 Sellar y agitar el embudo de separación por 60 seg con ventilación periódica para liberar el vapor generado.

3.3.1.7.1.5 Permitir que se separen las fases por 10 minutos. Si existe una interface de emulsión de una a tres capas con el solvente, el analista empleará técnicas mecánicas para complementar la fase de separación.

La técnica óptima depende de la muestra, que incluye agitación, filtración de la emulsión a través de lana de vidrio o centrifugación.

3.3.1.7.1.6 Colectar el extracto y repetir la extracción dos veces más usando porciones de solvente nuevo.

3.3.1.7.1.7 Combinar los tres extractos y separar el nuevo extracto del residuo. Si no hay extracciones nuevas que se realicen.

3.3.1.7.2 LIMPIEZA DE LA MUESTRA.

3.3.1.7.2.1 Filtrar el extracto orgánico a través de la columna de florisil siguiendo el procedimiento del punto 3.4. Lavar el matraz que contenía el extracto con 20-30 ml. de cloruro de metileno, y filtrar nuevamente a través de la columna de florisil. (la función de la columna de florisil es secar el extracto orgánico, y separar de éste, aquellos compuestos que pueden ocasionar interferencias en su análisis).

3.3.1.7.3 CONCENTRACION DEL EXTRACTO ORGANICO

3.3.1.7.3.1 Colectar el extracto orgánico seco y limpio en un matraz (K-D) conectado con un tubo concentrador graduado de 10 ml o en un matraz tipo pera correspondientemente, si la concentración se realiza en los equipos de Kuderna-Danish o rotavapor.

3.3.1.7.3.2 Concentrar el extracto orgánico con los procedimientos de los equipos Kuderna-Danish o rotavapor como se establece en el punto 3.5.

3.3.1.8. CONTROL DE CALIDAD.

3.3.1.8.1. Los procedimientos de control de calidad son especificados para cada compuesto de interés en el método analítico de referencia.

3.3.1.8.2. El analista demostrará que los compuestos de interés son recuperados cuantitativamente antes de emplear éste método con muestras actuales con agua destilada o cualquier líquido similar a la matriz de la muestra.

3.3.2 EXTRACCION CONTINUA LIQUIDO-LIQUIDO.

3.3.2.1 ALCANCE Y APLICACION.

3.3.2.1.1 Este método describe el procedimiento para separar compuestos orgánicos de muestras acuosas. Este método además describe las técnicas de concentración adecuadas para la preparación del extracto.

3.3.2.1.2 Este método es aplicado para la separación y concentración en agua-insoluble y pocos orgánicos solubles en la preparación, para una variedad de procedimientos cromatográficos.

3.3.2.1.3 El método de extracción continua líquido-líquido es designado para la extracción de solventes con mayor densidad que la muestra. El aparato de extracción continua es disponible para la extracción de solventes con menor densidad que la muestra. El analista demostrará la eficacia de cualquier equipo de extracción automática antes de emplearlo en la extracción de la muestra.

3.3.2.2 RESUMEN DEL METODO.

3.3.2.2.1 Un volumen determinado de la muestra, usualmente 1 litro, es colocado dentro del extractor continuo líquido-líquido, ajustar si es necesario, a un pH (ver tabla no. 3) y extraer con solvente orgánico por 18 - 24 horas. Secar en la columna de florisil (descrito en el punto 3.4) y concentrar en el equipo Kuderna Danish o en el rotavapor descrito en el punto 3.5).

Si es necesario cambiar el solvente para ser compatible el método de limpieza o el procedimiento de concentración que se emplean (ver tabla no. 3 para el cambio de solventes apropiados).

3.3.2.3 INTERFERENCIAS.

3.3.2.3.1 Bajo condiciones de extracción básica requeridas para separar analitos por columnas empacadas del método de análisis para compuestos orgánicos semivolátiles por GC/MS, la descomposición de los mismos analitos queda demostrada. Pesticidas organoclorados pueden desclorarse, ftalatos y ésteres pueden cambiar, y los fenoles pueden reaccionar para formar tanatos. Estas reacciones se incrementan con el aumento del pH, y decrecen cuando se corta el tiempo de reacción disponible en el método de extracción líquido-líquido en embudo de separación. Los métodos de extracción continua líquido-líquido y de análisis de compuestos orgánicos semivolátiles por GC/MS con columna capilar; los de extracción líquido-líquido en embudo de separación y de análisis de compuestos orgánicos semivolátiles por GC/MS con columna capilar; los de extracción líquido-líquido en embudo de separación y de análisis de compuestos orgánicos semivolátiles por GC/MS respectivamente son preferidos sobre el método extracción continua líquido-líquido y de análisis de compuestos orgánicos semivolátiles por GC/MS para el análisis de esta clase de compuestos.

3.3.2.4 APARATOS Y MATERIALES.

3.3.2.4.1 Extractor continuo líquido-líquido. Equipado con juntas de conexión de teflón o vidrio y válvulas requeridas no lubricadas.

3.3.2.4.2 Papel indicador de pH. Incluya el rango de pH requerido.

3.3.2.4.3 Mantilla de calentamiento. Reóstato controlado.

3.3.2.4.4 Jeringa. De 5 ml.

3.3.2.5 REACTIVOS.

3.3.2.5.1 Sustancias grado Reactivo deben utilizarse en todas las pruebas.

3.3.2.5.2 Agua tipo reactivo libre de orgánicos. Las referencias al agua en este método es con agua tipo reactivo libre de orgánicos.

3.3.2.5.3 Solución de hidróxido de sodio 10 N . Disolver 40 g de NaOH en agua libre de orgánicos y diluir a 100 ml.

3.3.2.5.4 Solución de ácido sulfúrico (1:1), H₂SO₄. Adicionar lentamente 50 ml de H₂SO₄ a 50 ml de agua libre de orgánicos.

3.3.2.5.5 Solventes de extracción y/o cambio.

3.3.2.5.5.1 Cloruro de metileno, CH₂Cl₂. Calidad pesticida o equivalente.

3.3.2.5.5.2 Hexano, C₆H₁₄. Calidad pesticida o equivalente.

3.3.2.5.5.3 2-propanol, (CH₃)₂CHOH. Calidad pesticida o equivalente.

3.3.2.5.5.4 Ciclohexano, C₆H₁₂. Calidad pesticida o equivalente.

3.3.2.5.5.5 Acetonitrilo, CH₃CN. Calidad pesticida o equivalente.

3.3.2.6 COLECCION DE LA MUESTRA, PRESERVACION Y MANEJO.

3.3.2.6.1 Seguir la técnica convencional de muestreo que marca la Norma Oficial Mexicana NOM-AAA-15-1985.

Todas las muestras deberán ser refrigeradas a 4°C desde el momento de la recolección hasta la extracción.

Todas las muestras deberán ser extraídas dentro de los 7 días posteriores a su recolección y analizadas dentro de los 20 posteriores a la extracción.

3.3.2.7 PROCEDIMIENTO.

3.3.2.7.1 EXTRACCION.

3.3.2.7.1.1 Usando una probeta graduada de 1 litro, medir 1 litro de la muestra y transferir a el extractor continuo. Si una alta concentración es anticipada, un volumen pequeño debe usarse y diluirlo a un litro con agua libre de orgánicos. Medir el pH de la muestra con papel pH y ajustarlo si es necesario a el pH indicado en la tabla no. 3, usando ácido sulfúrico (1 : 1) o con hidróxido de sodio 10 N. Pipetear 1.0 ml de la solución del estándar surrogado en cada muestra dentro del extractor y agitar. Para cada muestra en cada lote analítico seleccionado como duplicado, adicionar 1.0 ml. de el estándar duplicado de matriz. Para análisis base/neutra-ácida, la cantidad de los surrogados y compuestos duplicados de matriz adicionados a la muestra resultando en una concentración final de 100 ng/µl de cada analito base/neutro y 200 ng/µl de cada analito ácido en el extracto que se analizó (asumiendo 1 µl inyectado).

3.3.2.7.1.2 Adicionar de 300 a 500 ml de cloruro de metileno en el matraz de destilación. Adicionar perlas de ebullición en el matraz.

3.3.2.7.1.3 Adicionar suficiente agua a el extractor para asegurar su propia operación y extracción por 18-24 horas.

3.3.2.7.1.4 Permitir que se enfríe; separar el frasco de ebullición. Si la extracción está en un pH secundario no requerido (ver tabla no. 3). El extracto es secado y concentrado usando una de las técnicas referidas en la sección 7.7.

3.3.2.7.1.5 Cuidadosamente con agitación, ajustar el pH de la fase acuosa a un segundo pH indicado en la tabla no. 3. Unir un frasco de destilación limpio conteniendo 500 ml de cloruro de metileno al extractor continuo. Extraer por 18-24 horas, permitir que se enfríe y separar el frasco de destilación.

3.3.2.7.1.6 Para realizar el análisis por GC/MS, los extractos ácido/neutro y básico pueden combinarse previo a la concentración. Sin embargo, en algunas situaciones, es preferible concentrar y analizar por separado el extracto ácido/neutro y básico, por ejem. los propósitos regulatorios de la presencia o ausencia de compuestos específicos ácidos/neutro y básico a bajas concentraciones deben determinarse, el análisis del extracto por separado es garantizado.

3.3.2.7.2 LIMPIEZA DE LA MUESTRA.

3.3.2.7.2.1 Filtrar el extracto orgánico a través de la columna de florisil siguiendo el procedimiento del punto 3.4. Lavar el matraz que contenía el extracto con 20-30 ml de cloruro de metileno, y filtrar nuevamente a través de la columna de florisil. (la función de la columna de florisil es secar el extracto orgánico, y separar de éste, aquellos compuestos que pueden ocasionar interferencias en su análisis).

3.3.2.7.3 CONCENTRACION DEL EXTRACTO ORGANICO.

3.3.2.7.3.1 Colectar el extracto orgánico seco y limpio en un matraz (K-D) conectado con un tubo concentrador graduado de 10 ml o en un matraz tipo pera correspondientemente, si la concentración se realiza en los equipos de Kuderna-Danish o rotavapor.

3.3.2.7.3.2 Concentrar el extracto orgánico con los procedimientos de los equipos Kuderna-Danish o rotavapor como se establece en el punto 3.5.

3.3.2.8 CONTROL DE CALIDAD.

3.3.2.8.1 Cualquier blanco de reactivo, duplicados de matriz o replicas de muestras, deben ser sujetas exactamente al mismo procedimiento que se usó en las muestras.

TABLA No. 3

CONDICIONES DE EXTRACCION ESPECIFICAS PARA METODOS DE CUANTIFICACION

METODO DE CUANTIFICACION	EXTRACCION INICIAL pH	EXTRACCION SECUNDARIA pH	CAMBIO DEL SOLVENTE REQUERIDO PARA EL ANALISIS	CAMBIO DEL SOLVENTE REQUERIDO PARA LA LIMPIEZA	VOLUMEN DEL EXTRACTO REQUERIDO PARA LA LIMPIEZA (ml)	VOLUMEN DEL EXTRACTO FINAL PARA EL ANALISIS (ml)
8040	≤ 2	Ninguno	2-propanol	Hexano	1.0	1.0, 10.0 ^a
8060	Como se recibe	Ninguno	Hexano	Hexano	2.0	10.0
8061	Como se recibe	Ninguno	Hexano	Hexano	2.0	10.0
8070	Como se recibe	Ninguno	Metanol	Cloruro de metileno	2.0	10.0
8080	5-9	Ninguno	Hexano	Hexano	10.0	10.0
8081	5-9	Ninguno	Hexano	Hexano	10.0	10.0
8090	5-9	Ninguno	Hexano	Hexano	2.0	1.0
8100	Como se recibe	Ninguno	Ninguno	Ciclohexano	2.0	1.0
8110	Como se recibe	Ninguno	Hexano	Hexano	2.0	10.0
8120	Como se recibe	Ninguno	Hexano	Hexano	2.0	1.0
8121	Como se recibe	Ninguno	Hexano	Hexano	2.0	1.0
8140	6-8	Ninguno	Hexano	Hexano	10.0	10.0
8141	Como se recibe	Ninguno	Hexano	Hexano	10.0	10.0
8250 ^{b,c}	> 11	< 2	Ninguno	-	-	1.0
8270 ^{b,d}	< 2	> 11	Ninguno	-	-	1.0
8310	Como se recibe	Ninguno	Acetonitrilo	-	-	1.0
8321	Como se recibe	Ninguno	Metanol	-	-	1.0
8410	Como se recibe	Ninguno	Cloruro de metileno	Cloruro de metileno	10.0	0.0 (seco)

a. Los fenoles pueden ser analizados por el método 8040, usando 1.0 ml del extracto con 2-propanol por GC/FID. El método 8040 además contiene opcionalmente el procedimiento de derivatización para fenoles que resultan en 10 ml del extracto con hexano que se analizó por GC/ECD.

b. Lo específico de la GC/MS para realizar la limpieza de el extracto es innecesaria. Referirse al método 3600 como guía sobre el procedimiento de limpieza disponible si es requerido.

c. La pérdida de los ftalatos ésteres, pesticidas organoclorados y fenoles ocurre bajo esas condiciones (ver sección 3.2).

d. Si es requerida más separación de los componentes ácido y neutro. El método 3650, limpieza ácido-base por partición es recomendada. El cambio de la secuencia del pH en el método 8270 no es recomendada por la pérdida del analito más severo debajo de la primera extracción continua (ver sección 3.2).

3.3.3 EXTRACCION SOXHLET.

3.3.3.1 CAMPO Y APLICACION.

3.3.3.1.1 El método de extracción con Soxhlet es un proceso de extracción para compuestos orgánicos no volátiles y semivolátiles de origen sólido como sólidos y lodos. El proceso de extracción Soxhlet asegura el contacto íntimo de la matriz de la muestra con el solvente de extracción. Subsecuentemente la limpieza y detección son descritas en el método orgánico analítico el cual será usado para analizar el extracto.

3.3.3.2 RESUMEN DEL METODO.

3.3.3.2.1 La muestra sólida es mezclada con sulfato de sodio anhidro, colocar en un cartucho de extracción o entre dos tapones de fibra de vidrio, y usar el solvente apropiado de extracción en un extractor Soxhlet. El cloruro de metileno debe ser empleado cuando no es especificado el solvente. El extracto es secado en la columna de florisil (descrito en el punto 3.4) y concentrado en el equipo Kuderna Danish o en el rotavapor descrito en el punto 3.5).

3.3.3.3 INTERFERENCIAS.

3.3.3.3.1 Un blanco de procedimiento debe ser realizado por los compuestos de interés anterior a el uso de este método. El nivel de interferencia debe estar abajo del límite de detección del método anterior a este método es ejecutado en muestras actuales.

3.3.3.3.2 Un procedimiento más extensivo el cual perfila en este método puede ser necesariamente por purificación del reactivo.

3.3.3.3.3 Procedimiento para la eliminación de interferencia de compuestos coextraídos con los componentes de un blanco este es descrito en el método orgánico analítico este será usado para analizar el extracto.

3.3.3.4 APARATOS Y MATERIALES.

3.3.3.4.1 Extractor Soxhlet: 40 mm D.I., matraz redondo de 500 ml.

3.3.3.4.2 Cartucho de papel, de vidrio o fibra de vidrio para retener la muestra en el dispositivo de extracción Soxhlet. Debe drenar libremente y puede requerir purificación antes de usarse.

3.3.3.4.3 Perlas de ebullición: aproximadamente de malla 10/40. Calentar a 400°C por 30 min. En el extractor Soxhlet con cloruro de metileno.

3.3.3.4.4 Mantilla de calentamiento con controlador (reóstato).

3.3.3.4.5 Matraz fondo plano de 250 ml boquilla esmerilada.

3.3.3.5 REACTIVOS.

3.3.3.5.1 Los reactivos específicos para ser empleados en este método pueden ser listados sobre los métodos orgánicos analíticos que deben ser usados para el análisis del extracto. Verifique el método analítico para reactivos específicos de extracción. Si un reactivo específico para extracción no es listado para los componentes de interés, debe ser usado el cloruro de metileno.

3.3.3.5.2 El solvente a elegir deberá ser el apropiado para el método de medición a utilizar y el coeficiente de partición del analito solvente será de 1 a 1000.

3.3.3.5.3 Muestras sólidas: las muestras sólidas deben ser extraídas usando alguno de los siguientes sistemas de solventes.

3.3.3.5.4 Tolueno-Metanol, 10:1 v/v ACS solo grado reactivo.

3.3.3.5.5 Acetona-Hexano, 1:1 v/v ACS solo grado reactivo.

3.3.3.5.6 Cloruro de Metileno; calidad pesticida o equivalente.

3.3.3.6 COLECCION, PRESERVACION Y MANEJO DE MUESTRA.

3.3.3.6.1 Seguir la técnica convencional de muestreo que marca la Norma Oficial Mexicana NOM-AAA-15-1985.

Todas las muestras deberán ser refrigeradas a 4°C desde el momento de la recolección hasta la extracción.

Todas las muestras deberán ser extraídas dentro de los 7 días posteriores a su recolección y analizadas dentro de los 20 posteriores a la extracción.

3.3.3.7 PROCEDIMIENTO.

3.3.3.7.1 EXTRACCION CON SOLVENTE ORGANICO.

3.3.3.7.1.1 Pese 10 g de muestra sólida con un peso igual de sulfato de sodio anhidro y ponga ambos en un cartucho de papel. El cartucho de extracción debe drenar libremente por la duración de el periodo de extracción. El uso de tapones de fibra de vidrio arriba y debajo de la muestra es también aceptable.

3.3.3.7.1.2 Ponga 300 ml de el solvente de extracción dentro del matraz redondo de 500 ml conteniendo perlas de ebullición. Poner al matraz el extractor, y extraer del sólido por 16 hrs.

3.3.3.7.1.3 Deje el extracto enfriarse después que es completada la extracción. Bañe el condensador con el solvente de extracción y drene el aparato Soxhlet dentro del matraz colector.

3.3.3.7.2 LIMPIEZA DE LA MUESTRA.

3.3.3.7.2.1 Filtrar el extracto orgánico a través de la columna de florisil siguiendo el procedimiento del punto 3.4. Lavar el matraz que contenía el extracto con 20-30 ml. de cloruro de metileno, y filtrar nuevamente a través de la columna de florisil. (la función de la columna de florisil es secar el extracto orgánico, y separar de éste, aquellos compuestos que pueden ocasionar interferencias en su análisis).

3.3.1.7.3 CONCENTRACION DEL EXTRACTO ORGANICO.

3.3.1.7.3.1 Colectar el extracto orgánico seco y limpio en un matraz (K-D) conectado con un tubo concentrador graduado de 10 ml o en un matraz tipo pera correspondientemente, si la concentración se realiza en los equipos de Kuderna-Danish o rotavapor.

3.3.1.7.3.2 Concentrar el extracto orgánico con los procedimientos de los equipos Kuderna-Danish o rotavapor como se establece en el punto 3.5.

3.3.1.8. CONTROL DE CALIDAD.

3.3.1.8.1. Los procedimientos de control de calidad son especificados para cada compuesto (blanco) de interés en el método analítico de referencia.

3.3.1.8.2. El analista demostrará que los compuestos de interés son recuperados cuantitativamente antes de emplear este método con muestras actuales con agua destilada o cualquier líquido similar a la matriz de la muestra.

3.4 METODO DE LIMPIEZA EN COLUMNA DE FLORISIL.

3.4.1 ALCANCE Y APLICACION.

3.4.1.1 El Florisil es una nombre registrado de Floridin Co., que es un silicato de magnesio con propiedades ácidas. Este es usado para cromatografía general en columna como un proceso de limpieza previo al análisis por cromatografía de gases.

3.4.1.2 Aplicaciones Generales: Limpieza de residuos de pesticidas y otros hidrocarburos halogenados; la limpieza de compuestos nitrogenados de hidrocarburos; la separación de compuestos aromáticos de mezclas alifático-aromáticas.; y aplicaciones similares para uso con grasas, aceites y ceras (Floridin). Adicionalmente, el Floridin es considerado adecuado para la separación con esteroides, ésteres, cetonas, glicéridos, alcaloides y algunos carbohidratos (Gordon y Ford).

3.4.1.3 Aplicaciones Específicas: Este método incluye la orientación para la limpieza de muestras de extractos que contienen los siguientes grupos radicales: ftalato-ésteres; nitrosaminas; pesticidas organoclorados; fenoles, nitroaromáticos, haloéteres; hidrocarburos clorados y pesticidas organofosforados.

3.4.2 RESUMEN DEL METODO.

3.4.2.1 La columna es empacada con el adsorbente requerido, llenado con un adsorbente de agua y después poniendo la muestra a analizar. La elución es efectuada con un disolvente adecuado dejando los compuestos interferentes en la columna. El eluido es entonces concentrado (si fuese necesario).

3.4.3 INTERFERENCIAS.

3.4.3.1 Se necesita cargar un blanco para los compuestos de interés previo para usar este método. El nivel de interferencias debe estar por debajo de límite de detección del método antes de usar este método en las muestras de interés.

3.4.3.2 Pueden ser necesarios procesos más detallados para la purificación que los aquí citados.

3.4.4 APARATOS Y MATERIALES.

3.4.4.1 Jarra de 500 ml.

3.4.4.2 Columna cromatográfica de 30 m de longitud x 10 mm D.I. o 40 m de longitud x 20 mm D.I., como se especifica en la sección 7.0; con lana de vidrio Pyrex en el fondo y una llave de teflón.

NOTA: Los discos de vidrio utilizados son difíciles de descontaminar, después de que ha pasado un extracto altamente contaminado. Usar un pequeño colchón de lana de vidrio Pyrex para retener el absorbente. Lavar previamente el colchón de lana de vidrio con 50 ml de acetona seguido por 50 ml de solvente de elución antes de empacar la columna con absorbente.

3.4.4.3 Muffla.

3.4.4.4 Balanza con sensibilidad de 0.01g.

3.4.5 REACTIVOS.

3.4.5.1 Agua de reacción libre de materia orgánica, todas las referencias al agua en este método, son para el agua libre de materia orgánica.

3.4.5.2 Florisil grado residuo pesticida (PR) malla (60/100), para activación a 677° C (1250°F), almacenado en contenedores de vidrio con tapones de vidrio esmerilado o con tapones de rosca.

3.4.5.2.1 Desactivación del Florisil. Para limpieza de ftalato-ésteres.

Preparación para el uso, colocar 100g de Florisil en una jarra de 500 ml y calentar por aproximadamente 16 horas a una temperatura de 40° C. Después del calentamiento, transferir a un frasco de reacción de 500 ml. Sellar herméticamente y enfriar a temperatura ambiente, cuando esté fría, adicionar 3 ml de agua de reacción libre de materia orgánica. Mezclar vigorosamente por 10 minutos y dejar reposar por mínimo 2 horas.

3.4.5.2.2 Activación del Florisil. Para limpieza de nitrosaminas, pesticidas organoclorados y PCB's, nitroaromáticos, haloéteres, hidrocarburos clorados y pesticidas organoclorados. Sólo antes de usar, activar cada lote por mínimo 16 horas a 130 °C en un contenedor de vidrio cubierto con papel aluminio. Alternativamente, mantener el Florisil en un horno a 130 °C. Enfriar el Florisil antes de usar en un desecador. (el Florisil de diferentes lotes o fuentes, pueden tener una variación en la capacidad adsorptiva). Para estandarizar la cantidad de Florisil que es usada, se recomienda el uso de ácido láurico. El proceso referido, determina la adsorción de desolución de hexano de ácido láurico (mg) por gramo de Florisil. La cantidad de Florisil usado para cada columna se calcula dividiendo 110 entre el radio y multiplicando por 20 g (Mills).

3.4.5.3 Sulfato de sodio (ACS) anhidro, granular, (NaSO₄).- Purificar a 400 °C por 4 horas en un recipiente pequeño en una muffla o por prelimpiamiento del sulfato de sodio con diclorometano. Si el sulfato de sodio es prelimpiado con diclorometano, se debe tener un blanco en el análisis, demostrando que no hay interferencia con el sulfato de sodio.

3.4.5.4 Disolventes de elución.

3.4.5.4.1 Dietil eter (C₂H₅OC₂H₅), grado pesticida o equivalente. Debe estar libre de peróxidos, como se indica en la etiqueta de pruebas (EM Quant o equivalente). Los procesos de remoción de peróxidos, se dan en la etiqueta de pruebas. Después de la limpieza, adicionar 20 ml de etanol por cada litro de eter.

3.4.5.4.2 Acetona (CH₃COCH₃), grado pesticida o equivalente.

3.4.5.4.3 Hexano (C₆H₁₄), grado pesticida o equivalente.

3.4.5.4.4 Diclorometano (CH₂Cl₂), grado pesticida o equivalente.

3.4.5.4.5 Pentano, (CH₃(CH₂)₃CH₃), grado pesticida o equivalente.

3.4.5.4.6 Eter de petróleo (intervalo de ebullición 30-60°C) , grado pesticida o equivalente.

3.4.6 RECOLECCION, PRESERVACION Y TRATAMIENTO DE LA MUESTRA.

3.4.6.1 Seguir la técnica convencional de muestreo que marca la Norma Oficial Mexicana NOM-AAA-15-1985.

Todas las muestras deberán ser refrigeradas a 4 °C desde el momento de la recolección hasta la extracción.

Todas las muestras deberán ser extraídas dentro de los 7 días posteriores a su recolección y analizadas dentro de los 20 días posteriores a la extracción.

3.4.7 PROCEDIMIENTO.

3.4.7.1 Pesticidas organoclorados o fenoles. (4 y 5 para el fraccionamiento de compuestos probados).

3.4.7.1.1 Colocar aproximadamente 1 cm de espesor de fibra de vidrio tratada (ver anexo no. 2), compactar 10 g de Florisil desactivado (sección 3.4.5.2.1) en una columna cromatográfica de 10 mm DI. Golpear ligeramente la columna para colocar el Florisil y adicionar aproximadamente 1 cm de sulfato de sodio anhidro hasta el tope.

3.4.7.1.2 Adicionar 30 ml de cloruro de metileno para humedecer y enjuagar el sulfato de sodio y el Florisil. Justo antes de exponer el sulfato de sodio al aire, detener la elución del cloruro de metileno, cerrando la columna cromatográfica. Descarte el eluyente.

3.4.7.1.3 Transferir a través de la columna el extracto orgánico y adicionar posteriormente 60 ml. de cloruro de metileno para asegurar la recolección de toda la muestra.

3.4.7.1.4 Reducir el extracto de la muestra a un volumen aproximadamente de 2 ml después de la limpieza (ver punto 3.5).

3.4.7.1.5 Ajustar el volumen de la muestra extraída a 10 ml con hexano en un matraz volumétrico.

3.4.8 CONTROL DE CALIDAD.

3.4.8.1. Los procedimientos de control de calidad son especificados para cada compuesto (blanco) de interés en el método analítico de referencia.

3.4.8.2. El analista demostrará que los compuestos de interés son recuperados cuantitativamente antes de emplear éste método con muestras actuales, con un blanco y un estándar adicionado.

La tabla 4 indica la distribución de pesticidas organoclorados, PCB's y haloeteres dentro de las fracciones de la columna de Florisil.

TABLA No. 4

DISTRIBUCION DE PESTICIDAS ORGANOCLORADOS, PCB's Y HALOETERES DENTRO DE LAS FRACCIONES DE LA COLUMNA DE FLORISIL

Parámetro	Porcentaje de recuperación por fracción		
	1	2	3
Aldrin	100		
alfa-BHC	100		
beta-BHC	97		
gama-BHC	98		
delta-BHC	100		
Clordano	100		
4,4'-DDD	99		
4,4'-DDE	98		
4,4'-DDT	100		
Dieldrin	0	100	
Endosulfan I	37	64	
Endosulfan II	0	7	91
Endosulfan sulfato	0	0	106
Endrin	4	96	
Endrin aldehido	0	68	26
Haloeteres	R		
Heptacloro	100		
Epóxido de heptacloro	100		
Toxafeno	96		
PCB-1016	97		
PCB-1221	97		
PCB-1232	95		
PCB-1242	97		
PCB-1248	103		
PCB-1254	90		
PCB-1260	95		

R = Recuperación (no presenta datos de porcentaje de recuperación).

Fuente: datos de U.S. EPA y FDA.

3.5 PROCEDIMIENTO DE CONCENTRACION DEL EXTRACTO DE LA FASE ORGANICA.

3.5.1 TECNICA DE KUDERNA-DANISH (K-D).

3.5.1.1 MATERIAL.

3.5.1.1.1 Aparato kuderna-Danish (K-D).

3.5.1.1.1.1 Tubo concentrador de 10 ml graduado. Un tapón de vidrio es utilizado para prevenir la evaporación del extracto.

3.5.1.1.1.2 Frasco de evaporación de 500 ml: Conectar al tubo concentrador con pinzas o resortes.

3.5.1.1.1.3 Columna Snyder macro de 3 bolas (para concentrar hasta 10 ml de extracto).

3.5.1.1.1.4 Columna Snyder micro de 2 bolas (para concentrar hasta 2.0 ml de extracto).

3.5.1.1.1.5 Resortes de ½ pulg.

3.5.1.1.2 Perlas de ebullición para extracción del solvente de aproximadamente malla de 10/40 (carburo de silicio).

3.5.1.1.3 Baño de agua con calentamiento, cubierta concéntrica y control de temperatura (+/- 5 °C).

3.5.1.1.4 Viales de 2 ml, vidrio con tapa y septa de teflón o herméticos.

3.5.1.2 PROCEDIMIENTO PARA MACRO COLUMNA SNYDER.

3.5.1.2.1 Ensamblar el concentrador Kuderna Danish, uniendo el tubo concentrador a el matraz evaporador de 500 ml.

3.5.1.2.2 Adicionar 1 o 2 perlas de ebullición en el matraz evaporador de 500 ml y unir a la columna Snyder de tres bolas. Mojar la columna Snyder adicionando 1 ml. de cloruro de metileno por la parte superior de la columna.

3.5.1.2.3 Colocar el aparato K-D en un baño de agua caliente (15-20 °C, arriba del punto de ebullición del solvente), colocar el tubo concentrador de forma que éste se encuentre parcialmente sumergido en agua caliente y la superficie inferior del matraz sea bañada con vapor caliente.

3.5.1.2.4 Ajustar la posición vertical del aparato y la temperatura del agua que es requerida para completar la concentración en 10-20 min. El flujo propio de destilación de la columna de bolas es activada ruidosamente, sin embargo las cámaras no se deben inundar.

3.5.1.2.5 Cuando el volumen aparente del líquido alcanza 2 ml, remover el aparato K-D de el baño de agua, permitir que se drene y enfriar por 10 min.

3.5.1.2.6 Remover la columna Snyder , lavar el frasco y juntas de el tubo concentrador con 1-2 ml del solvente de extracción.

3.5.1.2.7 Retirar el tubo concentrador que contiene el extracto deseado.

3.5.1.2.8 Vertir el concentrado a un matraz aforado de 10 ml, con ayuda de una pipeta Pasteur.

3.5.1.2.9 Enjuagar el tubo concentrador con pequeñas porciones de hexano, que se vertirá a el matraz volumétrico. Aforar con hexano a un volumen de 10 ml, utilizando la misma pipeta Pasteur del numeral 3.5.1.2.8.

3.5.1.2.10 Una vez hecho esto, mantener el extracto de la muestra a 4°C, mientras no se analice.

NOTA: Si en el procedimiento de concentración con la técnica de K-D, requiere el cambio de solvente realizar el siguiente procedimiento:

3.5.1.2.11 Si el solvente de cambio es requerido (como se indica en la tabla no. 3), momentáneamente remover la columna Snyder, adicionar 50 ml del solvente de cambio, nuevas perlas de ebullición y unir la columna Snyder de 3 bolas. Concentrar el extracto, como se describe en el numeral 3.5.1.2, elevando la temperatura del baño de agua, si es necesario para mantener una correcta destilación.

3.5.1.2.12 Remover la columna Snyder y lavar el frasco más abajo de las juntas en el tubo concentrador con 1-2 ml de cloruro de metileno o con el solvente de cambio. Si los cristales de azufre son problema, proceder al método EPA 3660 de limpieza. Ajustar a 10 ml con el último solvente que se utilizó.

3.5.1.2.13 Si se requiere más concentración como lo indica la tabla no. 3, la técnica de micro columna Snyder (3.5.1.3) o la técnica de arrastre de nitrógeno (3.5.1.4) es usada para ajustar el extracto a el volumen final requerido.

3.5.1.3 TÉCNICA DE MICRO COLUMNA SNYDER.

3.5.1.3.1 Adicionar 1 o 2 perlas de ebullición limpias a el tubo concentrador y unir a la columna Snyder micro de 2 bolas. Mojar la columna por la adición de 0.5 ml. de cloruro de metileno o solvente de cambio por la parte superior de la columna. Colocar el aparato K-D en un baño de agua caliente y que el tubo concentrador sea parcialmente sumergido en agua caliente. Ajustar la posición vertical de el aparato y la temperatura del agua, es requerida, para completar la concentración en 5-10 min. El flujo propio de destilación de la columna de bolas es activada ruidosamente, sin embargo las cámaras no se deben inundar. Cuando el volumen aparente del líquido alcanza 0.5 ml., remover el aparato K-D de el baño de agua y permitir que se drene y enfriar por 10 min. Remover la columna Snyder, lavar el frasco y juntas de el tubo concentrador con 0.2 ml. de cloruro de metileno o del solvente de cambio, y ajustar el volumen final de 1.0 a 2.0 ml., como lo indica en la tabla no. 3 con solvente.

3.5.1.3.2 Retirar el tubo concentrador que contiene el extracto deseado.

3.5.1.3.3 Vertir el concentrado a un matraz aforado de 10 ml, con ayuda de una pipeta Pasteur.

3.5.1.3.4 Enjuagar el tubo concentrador con pequeñas porciones de hexano y aforar con este, a un volumen de 10 ml, utilizando la misma pipeta Pasteur del numeral 3.5.1.3.

3.5.1.3.5 Una vez hecho esto, mantener el extracto de la muestra a 4 °C, mientras no se analice.

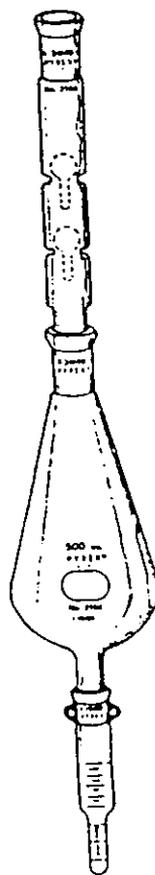
Nota: El montaje de los equipos se observa en las figuras No. 1 y 2.

FIGURA No. 1



Macro Kuderna-Danish.

FIGURA No. 2



Micro Kuderna-Danish.

3.5.1.4 TECNICA DE ARRASTRE CON NITROGENO.

3.5.1.4.1 Colocar el tubo concentrador en un baño caliente (35°C), y evaporar el volumen del solvente a 0.5 ml usando una corriente ligera de limpieza, secar con nitrógeno (filtrado a través de la columna de carbón activado).

Precaución: El tubing de plástico nuevo no debe usarse entre la trampa de carbón activado y la muestra, puede introducir interferencias.

3.5.1.4.2 La pared interna de el tubo es lavada en varios tiempos con cloruro de metileno o con el solvente apropiado durante la operación. Durante la evaporación, el nivel del solvente en el tubo debe ser puesto para evitar la condensación de agua. Bajo procedimientos normales, el extracto no debe llegar hasta sequedad.

Precaución: Cuando el volumen de el solvente es reducido a 1 ml, los analitos semivolátiles pueden perderse.

3.5.1.4.3 El extracto debe inmediatamente ser analizado por los analitos, usando las apropiadas técnicas de concentración (ver punto 3.5). Si el análisis del extracto no se realiza inmediatamente, tapar el tubo concentrador y almacenar en refrigeración. Si el almacenamiento del extracto es prolongado hasta por 2 días, debe transferirse a viales con tapa y liner de teflón o tapa hermética y etiquetara apropiadamente.

3.5.2 TECNICA CON ROTAVAPOR.

3.5.2.1 MATERIAL.

3.5.2.1.1 Matraz recolector de 1 lt de boca esmerilada.

3.5.2.1.2 Matraz evaporador tipo pera de 1 lt de boca esmerilada.

3.5.2.1.3 Condensador vertical.

3.5.2.1.4 Tina de calentamiento con temperatura regulada (± 1.7 °C.)

3.5.2.1.5 Juntas de conexión a matraces y evaporador.

3.5.2.1.6 Pipeta Pasteur.

3.5.2.1.7 Matraz aforado de 10 ml.

3.5.2.1.8 Perlas de ebullición, para extracción del solvente, aproximadamente de malla 10/40 (carburo de silicio).

3.5.2.2 PROCEDIMIENTO.

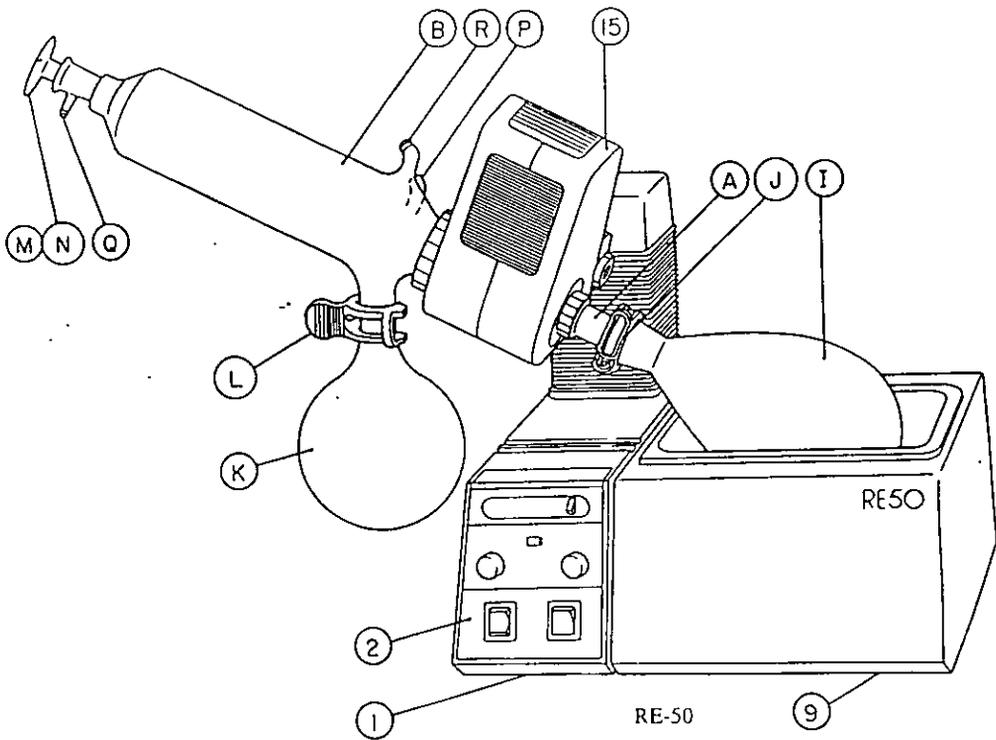
3.5.2.2.1 Armar el rotavapor, de acuerdo a las especificaciones del fabricante.

3.5.2.2.2 Cerciorarse que el matraz recolector del solvente esté colocado con su abrazadera al condensador.

- 3.5.2.2.3 Verificar que el nivel del agua de la tina de baño del rotavapor sea el adecuado.
- 3.5.2.2.4 Seleccionar para la tina de baño una temperatura de 33 °C.
- 3.5.2.2.5 Ajustar el giro del matraz a 60 rpm.
- 3.5.2.2.6 Haga circular agua por el serpentín del condensador.
- 3.5.2.2.7 Adicionar al matraz tipo pera el extracto y de 3 a 4 perlas para ebullición.
- 3.5.2.2.8 Identificar con alguna nota el extracto en el matraz tipo pera.
- 3.5.2.2.9 Colocar el matraz tipo pera en la unión giratoria del motor con su respectiva abrazadera.
- 3.5.2.2.10 Introducir el matraz tipo pera en el baño con la ayuda del panel de control.
- 3.5.2.2.11 Encender la bomba de vacío conectada al dispositivo, verificando que la llave para vacío del equipo este cerrada.
- 3.5.2.2.12 Una vez que se tenga el volumen deseado en el matraz pera, elevar el dispositivo con ayuda del panel de control.
- 3.5.2.2.13 Apagar la bomba de vacío y abra la llave para romper el vacío del equipo.
- 3.5.2.2.14 Retirar el matraz pera que contiene el concentrado deseado.
- 3.5.2.2.15 Vertir el concentrado a un matraz aforado de 10 ml, con ayuda de una pipeta Pasteur.
- 3.5.2.2.16 Enjuagar el matraz pera con pequeñas porciones de hexano y afore con este volumen el matraz aforado de 10 ml, utilizando la misma pipeta Pasteur del punto 3.5.13.
- 3.5.2.2.17 Una vez hecho esto, mantener el extracto de la muestra a 4 °C, mientras no se analice.

Nota: El montaje del equipo y el nombre de cada componente se observa en la figura No. 3.

FIGURA No. 3



ROTAVAPOR

- | | | | |
|----|--------------------|---|----------------------------------|
| 1 | Controlador. | K | Matraz receptor. |
| 2 | Panel de control. | L | Pinza unión. |
| 9 | Baño de agua. | M | Tubo de alimentación y desfogue. |
| 15 | Motor. | N | Tubo de teflón. |
| A | Junta rotatoria. | P | Niple del condensador. |
| B | Condensador. | Q | Niple de alimentación. |
| I | Matraz evaporador. | R | Niple para vacío. |
| J | Pinza unión. | | |

3.6 CROMATOGRAFIA DE GASES.

3.6.1 DEFINICION:

Dentro de los métodos de análisis para la determinación de la mayor parte de los compuestos orgánicos semivolátiles encontramos la cromatografía de gases que es una técnica analítica para separar, identificar y medir los componentes de una mezcla basándose en la diferencia de velocidades de migración de los componentes de una mezcla, al ser arrastrados y distribuidos en dos fases, llamadas fase estacionaria y fase móvil.

La fase estacionaria representa una capa fina o película líquida que puede estar constituida por líquidos orgánicos de alto punto de ebullición la cual recubre a un sólido absorbente que por lo regular esta fabricado con material de carbón vegetal, de gel de sílice o tábricas moleculares (zeolitas sintéticas), llamado soporte sólido.

La fase móvil se denomina gas portador ya que es un gas inerte cuya finalidad es transportar las moléculas de la muestra a través de la fase estacionaria también llamada columna.

3.6.2 PARTES DEL CROMATOGRAFO DE GASES.

El sistema básico de un cromatógrafo de gases consta de las siguientes partes:

1.-GAS DE ARRASTRE: Es un gas inerte que debe conducir la muestra y sus componentes a través de la columna y al detector y debe cumplir con los siguientes requisitos:

a).-PUREZA: Cualquier impureza presente en el gas de arrastre equivale a la presencia de una muestra adicional, distinta a la deseada y que viene a producir una señal en el detector.

b).-SESIBILIDAD: Dado que el gas de arrastre fluye constantemente por el sistema, producirá una señal de fondo la cual influirá sobre la sensibilidad de acuerdo con el detector empleado

c).-VELOCIDAD: La velocidad de análisis dependerá de la velocidad de difusión de los componentes de la mezcla en el gas de arrastre

2.-SISTEMA DE MUESTREO: Dispositivo que permitirá introducir una muestra sólida, líquida o gaseosa al sistema en forma adecuada evaporando la muestra sólida o líquida.

La forma general de introducir una muestra es la utilización de jeringas para cromatografía de gases que pueden ir desde 1 μ l a 5 μ l.

Para muestras líquidas el sistema de muestreo más empleado es el de introducir mediante una jeringa la muestra perforando un tapón de teflón.

Para muestra sólidas se recurre al empleo de solventes para un proceso de extracción y subsiguiente inyección con jeringa.

En el sistema de inyección existen consideraciones prácticas en cuanto a los parámetros más importantes que son:

a).- TAMAÑO DE MUESTRA: En general el tamaño de muestra debe ser lo más pequeño posible con el objeto de evitar problemas de saturación o falta de linealidad en algunos detectores, exceso de muestra en la columna, volatilización incompleta, y/o ensanchamiento y difusión de la muestra.

Para poder conseguir el volumen de muestra pequeño, necesario para una columna capilar alrededor de 0.005 μ l, se emplea un sistema divisor de flujo llamado SPLIT, y aunque

no existen sistemas para dividir el flujo en una relación fija y constante se puede obtener la relación por medida directa de los flujos a una presión y temperatura dada.

b).- TEMPERATURA DEL SISTEMA DE INYECCION: este parámetro juega un papel muy importante en el sistema de inyección , puesto que si la temperatura está por debajo de su punto de ebullición, se tendrá una vaporización incompleta y por tanto se tomará como una muestra no representativa; por lo que se recomienda trabajarse el sistema de inyección a una temperatura ligeramente superior a la temperatura de ebullición del compuesto menos volátil de la mezcla.

Si la temperatura del bloque de inyección es demasiado alta se puede producir descomposición o cambios en la muestra, resultando nuevamente un análisis no representativo. Puede darse el caso de que la temperatura del bloque de inyección sea tan elevada que la presión de vapor producida por la muestra al vaporizarse exceda la presión del gas de arrastre obteniéndose dos picos para cada componente.

c).- VELOCIDAD DE INYECCION: La introducción de la muestra al sistema cromatográfico debe hacerse lo más rápidamente posible; es importante sobretudo la consistencia en cuanto a la velocidad de inyección tratando de inyectar siempre a la misma velocidad y de la misma forma que el

3.-COLUMNA: Dispositivo del cromatógrafo de gases que efectúa la separación de los componentes.

Los pasos necesarios para seleccionar adecuadamente una columna son:

- a).- Elegir adecuadamente el material de la columna.
- b).- Tipo de columna a emplear.
- c).- Dimensiones de la columna.
- d).- Selección de la fase estacionaria y el soporte sólido.

- COLUMNA RELLENA: Tiene generalmente un diámetro apreciable (1/4 pulg, 1/8 pulg) y longitud relativamente corta (6 pies, 20 pies) contiene en su interior tanto soporte sólido como fase líquida, tan solo va rellena de soporte sólido al tratarse de sólido activo.
- COLUMNA CAPILAR: Las columnas capilares son columnas de sílica fundida con diámetros internos (D.I.) desde 0.20 a 0.75 mm y longitudes de 30 a 105 m y con diferente espesor de película que va desde 0.1 μm a 5 μm . Las columnas de menor diámetro (0.2 mm, 0.25 mm y 0.32 D.I.) proporcionan mejor resolución y mejor eficiencia, mientras que las columnas de mayor diámetro (0.53 mm y 0.75 mm D.I.) proveen mejor capacidad de muestra. En relación al espesor de la película se aumenta la anchura del pico (se reduce la eficiencia de la columna) se aumenta el tiempo de retención del analito (se puede aumentar la resolución), se aumenta la capacidad de muestras máxima que se puede analizar. Generalmente las columnas de película delgada (0.1 a 0.25 μm) se usan para análisis de muestras relativamente simples o para analitos con puntos de ebullición altos; las columnas con película más gruesa (1 a 5 μm) son más apropiadas para analitos de puntos de ebullición bajos, aumentan el tiempo de retención de los compuestos y reduce la sobrecarga de la columna para componentes concentrados. Por último la longitud de la columna influye en la resolución, una columna larga dará mayor resolución de una columna corta.

4.- DETECTORES: Equipo anexado al cromatografo de gases que nos indicará la presencia de un componente.

DETECTOR DE FLAMA IONIZABLE (FID).

El detector de ionización de llama (FID) se utiliza con frecuencia debido a su alta sensibilidad ante los compuestos orgánicos que contengan carbono. Consiste en una pequeña llama de difusión de hidrógeno/aire que prende en el extremo de un quemador. Cuando un compuesto orgánico penetra en la llama desde la columna, se forman productos intermedios eléctricamente cargados que se recogen mediante la aplicación de una tensión a través de la llama. La corriente resultante se amplifica y se mide con un electrómetro. La respuesta del detector es directamente proporcional a la masa total que entra en dicho detector por unidad de tiempo e independiente a la concentración en el gas portador.

El FID es probablemente el detector de más amplia difusión en la cromatografía de gases debido a las siguientes ventajas:

a).- Responde virtualmente con una alta sensibilidad a todos los compuestos orgánicos que contengan carbono (aproximadamente 10-13 g/ml).

b).- No responde a las impurezas propias del gas portador, tales como agua y dióxido de carbono.

c).-Posee una amplia respuesta lineal (aproximadamente 10⁷) y una excelente estabilidad de línea de base.

d).-Es relativamente insensible a los pequeños cambios del índice de flujo de la columna durante la programación de la temperatura.

e).-Es muy fiable, resistente y fácil de manejar.

f).- Posee bajos efectos de volumen inactivo detector y una rápida respuesta.

Sus limitaciones incluyen:

a).- Proporciona escasas o ninguna respuesta ante gases no combustibles y gases nobles.

b).- Es un detector destructivo que modifica de forma irreversible las propiedades físicas y químicas de la muestra.

DETECTOR DE CAPTURA DE ELECTRONES (ECD).

El detector de captura de electrones (ECD) se utiliza normalmente para analizar compuestos que posean altas afinidades electrónicas, como es el caso de los pesticidas organoclorados, los medicamentos y los metabolitos. Este detector es, en cierto modo, selectivo en su respuesta, ya que es altamente sensible a las moléculas que contengan grupos electronegativos: halógenos, peróxidos, quinonas y grupos nitrogenados. En cambio, es insensible a grupos funcionales como las aminas, alcoholes o hidrocarburos.

El detector entra en funcionamiento al pasar el eluyente, desde la columna de cromatografía de gases, sobre una partícula radiactiva beta emisora, normalmente níquel-63 o tritio adsorbido sobre una lámina de platino o titanio. Un electrón del emisor ioniza el gas portador, por lo general el nitrógeno y produce un tren de electrones. Por cada partícula beta inicial se consiguen alrededor de 100 electrones secundarios. Tras las subsiguientes colisiones, la energía de estos electrones se reduce al nivel térmico y pueden ser capturados por moléculas electrófilas de la muestra.

5.- REGISTRADOR.: Dispositivo que aportará el resultado gráfico de la operación llamado cromatograma el cual consta de las siguientes partes:

- a).- LINEA BASE: La línea dibujada por el registrador en ausencia de muestra.
- b).- PUNTO DE INYECCION: Momento en que se introduce la muestra al sistema cromatográfico.
- c).- TIEMPO MUERTO (t_m): Tiempo que tarda un compuesto que no es retenido por la columna desde el punto de inyección hasta su paso por el detector.
- d).- TIEMPO DE RETENCION (t_r): Tiempo que transcurre desde la inyección de la muestra hasta el punto máximo del pico correspondiente a determinado compuesto de la mezcla.
- d).- TIEMPO DE RETENCION CORREGIDO (t'_r): Equivale al tiempo de retención menos el tiempo necesario para el pico del aire.
- f).- ANCHO DE LA BASE (W_b): La distancia de las intersecciones de las tangentes a los puntos de inflexión con la línea base.
- g).- ALTURA DEL PICO (h): La distancia perpendicular desde la línea base y la máxima deflexión del pico.

Otros conceptos importantes que se manejan en el técnica de Cromatografía de gases son los siguientes:

- a).- FLUJO (F_c): El flujo volumétrico del gas de arrastre medido a la temperatura de la columna y a la presión de salida.
- b).- VOLUMEN DE RETENCION (V_r): El volumen de gas de arrastre necesario para que un componente emerja. Esto queda resumido en la formula siguiente:

$$V_r = t_r \cdot f_c$$

- c).- VOLUMEN " MUERTO" (V_m): El volumen de retención para un compuesto no retenido por la columna i.e.

$$V_m = t_m \cdot f_c$$

- d).- VOLUMEN DE RETENCION CORREGIDO (V'_r): Corresponde al volumen de retención menos el volumen muerto i.e.

$$V'_r = V_r - V_m$$

- e).- PLATO TEÓRICO (N): Es un equilibrio del soluto entre la fase móvil y estacionaria. Se calcula con:

$$N = 16 \left(\frac{t_r}{W_b} \right)^2 = 5.54 \left(\frac{t_r}{W_{1/2}} \right)^2$$

donde t_r y W_b o $W_{1/2}$ deben expresarse en las mismas unidades de volumen, tiempo y distancia en el cromatograma puesto que N es dimensional.

f).- ALTURA EQUIVALENTE A UN PLATO TEORICO (H, AEPT, HETP): Es la longitud de una columna L requerida para un plato teórico. Una H pequeña significa más platos por unidad de longitud y por lo tanto mayor eficiencia.

$$H = L/N$$

Donde H y L se expresan usualmente en mm.

g).- VELOCIDAD PROMEDIO DEL GAS (u)

$$u = L/t_m$$

donde L es la longitud de la columna en cm y t_m el tiempo muerto en seg.

h).- COEFICIENTE DE REPARTO (K): Es la propiedad física fundamental. Es característico del soluto en una fase estacionaria, depende de la temperatura y es una medida de las interacciones soluto-fase estacionaria.

$K = \text{Concentración de soluto en f. est.} / \text{Concentración del soluto en fase móvil.}$

3.6.3 RAZONES IMPORTANTES PARA UTILIZAR LA TECNICA DE CROMATOGRAFIA DE GASES

Las razones más importantes por la cual se determinan la mayor parte de los compuestos orgánicos por la técnica de cromatografía de gases es porque en general esta técnica analítica puede emplearse para analizar mezclas de compuestos que vaporicen a temperaturas por debajo de 0°C hasta 450°C, y para cualquier sustancia que pueda calentarse dando una presión de vapor de unos 30 mm de mercurio sin alterarse o descomponerse, estas condiciones se cumplen perfectamente para los compuestos orgánicos no purgables ya que estudian en este trabajo, puesto que son eluentes en columnas capilares que van de temperaturas entre los 80°C hasta 320 °C, lo cual indica que se encuentran dentro del rango de análisis de esta técnica, por otro lado presentan una presión de vapor baja por lo tanto impiden que al elevar su temperatura puedan sufrir una alteración molecular o descomposición.

Otras razones que han logrado una gran aceptación para la utilización de la técnica de cromatografía de gases para la determinación de compuestos orgánicos semivolátiles se citan a continuación:

3.6.3.1 La técnica de cromatografía de gases permite la determinación de compuestos de una gran diversidad de mezclas orgánicas complejas como se encuentran comúnmente en los derivados del petróleo, aceites esenciales de aceites, perfumes, sabores, sustancias de origen biológico, pesticidas, ácidos grasos, etc.

3.6.3.2 El tiempo para el análisis de la determinación de los compuestos no es muy grande siendo para la gran mayoría de los análisis de 5 a 40 min en el caso de compuestos no purgables.

3.6.3.3 La capacidad de detección en el cromatógrafo de gases es muy grande, ya que se puede detectar la presencia de sustancias en concentraciones de partes por trillón (ppt).

3.6.3.4 La cromatografía de gases es en muchos casos, el único método que permite separar en una sola operación más de 100 componentes orgánicos de una mezcla.

3.6.3.5 Empleando la cromatografía de gases en combinación con espectrometría de masas o espectrometría infrarroja permite aislar e identificar los componentes de una mezcla; con pocas modificaciones se pueda emplear para purificar y obtener sustancias del más alto grado de pureza.

4. PROCEDIMIENTO DE ANALISIS PARA COMPUESTOS ORGANICOS NO PURGABLES POR CROMATOGRAFIA DE GASES Y DETECTORES SELECTIVOS.

4.1 METODO DE ANALISIS DE FENOLES POR CG/FID.

4.1.1 ALCANCE Y APLICACION.

La aplicación de este método es para determinar la presencia de los siguientes compuestos bajo los parámetros listados en la norma NOM-052-ECOL-93.

TABLA No. 5

COMPUESTO	LIMITE MAXIMO PERMISIBLE (mg/l)
FENOL	14.4
m-CRESOL	200.0
p-CRESOL	200.0
o-CRESOL	200.0
2,4,5-TRICLOROFENOL	400.0
2,4,6-TRICLOROFENOL	2.0
2,3,4,6-TETRACLOROFENOL	1.5
PENTA CLOROFENOL	100.0

Estos compuestos son determinados por la técnica de Cromatografía de Gases con detector de Flama Ionizable (CG/FID) .

La modificación de este método se sujetará a la aprobación y aplicación de procedimientos a prueba alternos.

4.1.2 RESUMEN DEL METODO.

La muestra extractada es analizada por la técnica de Cromatografía de Gases y Detector de Flama Ionizable (CG/FID) usando una Columna Megaboro PE-1, de 0.53 mm de diámetro interno, 0.5 µm de espesor de película y 15 m de longitud, con una presión de entrada al equipo de 5 psi del gas acarreador. La temperatura de la columna es programada con una rampa de temperatura la cual va de 50 °C por un periodo de tiempo de 1 min con incremento de 6 °C /min hasta 115 °C y después incremento de temperatura de 12 °C/min hasta llegar a 250 °C con un periodo de duración de 0 min.

Para el análisis cualitativo de los compuestos en el extracto se efectúa usando el tiempo de retención y la respuesta en el detector FID. El análisis cuantitativo se lleva acabo usando las técnicas de estándar externo.

4.1.3 PRECAUCIONES DE SEGURIDAD.

El carácter toxicológico y/o cancerígeno de cada compuesto en el grupo de fenoles se describe ampliamente en el anexo No. 3, por lo que se recomienda revisar este anexo y tomar todas las medidas de seguridad necesarias como usar lentes, guantes, mascarilla, etc.

Por otra parte la preparación de los estándares de estos compuestos deberán efectuarse en una campana de extracción.

La toxicidad de cada reactivo usado en este método no ha sido definida, sin embargo cada reactivo deberá ser tratado como un compuesto potencialmente riesgoso para la salud. Por tal motivo, la exposición a estos productos químicos deberá ser reducida al máximo por cualquier medio al alcance.

4.1.4 MUESTREO.

Seguir la técnica convencional de muestreo que marca la Norma Oficial Mexicana NOM-AAA-15-1985.

Todas las muestras deberán ser refrigeradas a 4 °C desde el momento de la recolección hasta la extracción.

Todas las muestras deberán ser extraídas dentro de los 7 días posteriores a su recolección y analizadas dentro de los 40 posteriores a la extracción.

4.1.5 INTERFERENCIAS.

Las interferencias en el método pueden originarse por sustancias contaminantes presentes en los disolventes, reactivos, así como en el material de vidrio y otros dispositivos del proceso de preparación o análisis de muestras, que conducen a la producción de partículas discretas aberrantes y/o elevadas líneas de base en la salida del detector. Comprobar de forma rutinaria que el material de vidrio esté limpio y utilizar reactivos grado pesticida o purificados, para disminuir las interferencias en las condiciones del análisis mediante el paso de blancos de reactivos a las mismas condiciones del análisis en el laboratorio.

En el anexo No. 2, se establece un procedimiento de lavado para evitar las interferencias de los materiales de vidrio y procedimientos preventivos para evitar las interferencias por reactivos contaminados.

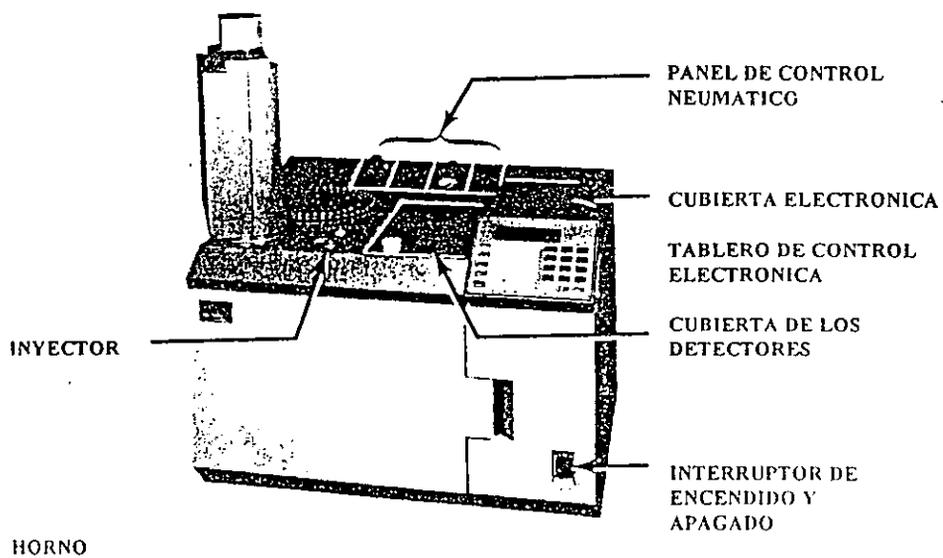
4.1.6 EQUIPO DE LABORATORIO.

4.1.6.1 Cromatógrafo de gases computarizado con:

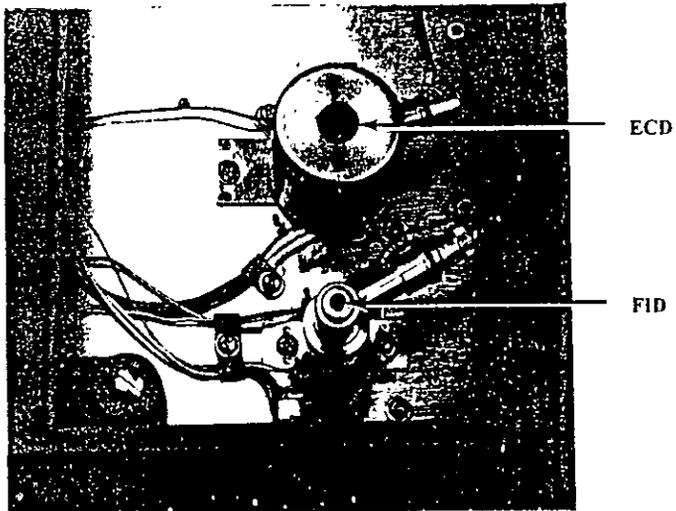
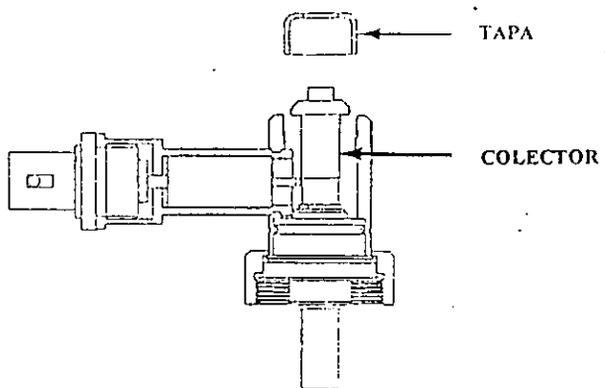
- a).- Dos puestos de inyección con control de temperaturas hasta 450 °C y manejo de Split/Splitless, con opción a columna capilar Megaboro.
- b).- Detector selectivo de ionización a la flama (FID), con amplificador, regulador de presión para hidrógeno, y válvula de aguja para aire.
No requiere de gas de ayuda (Make-Up Gas), cuando se utiliza con columnas capilares.
- c).- Detector selectivo de Captura de Electrones (ECD), incluye amplificador y válvula de aguja para gas de ayuda (Make-Up Gas).
- d).- Computadora, impresora y Software para procesamiento de datos y control del instrumento, alimentación de corriente a 120 Volts y 60 Hz.
- e).- Horno, el cual cuenta con programación de temperaturas, con opción a tener varios niveles de diferentes rampas y un límite máximo de al menos 420 °C.
- f).- Automuestreador para compuestos no purgables fase líquida.
- g).- Regulador Externo de tres KVA. Para el funcionamiento global del sistema del Cromatógrafo de Gases.

4.1.6.2 Columna Megaboro PE-1, de 0.53 mm de diámetro interno, 0.5 µm de espesor de película y 15 m de longitud.

- *Temperatura mínima de trabajo: -60 °C.
- *Temperatura máxima de trabajo: 300 °C.



UBICACION DE PARTES IMPORTANTES EN EL CROMATOGRFO DE GASES.



LOCALIZACION DE LOS DETECTORES EN EL CROMATOGRFO DE GASES.

4.1.7 MATERIALES.

- 4.1.7.1 Micropipeta Hamilton de 1000 μ l.
- 4.1.7.2 Matraces aforados de 1, 2, 5 y 10 ml.
- 4.1.7.3 Microjeringa Hamilton de 10, 25, 50, 100 y 500 μ l.
- 4.1.7.4 Pipetas Pasteur.
- 4.1.7.5 Viales de 2 ml con tapa y septum.
- 4.1.7.6 Engargoladora de viales.

4.1.8 REACTIVOS.

- 4.1.8.1 Metanol grado pesticida.
- 4.1.8.2 Hexano grado pesticida.
- 4.1.8.3 Estándares de referencia puros o soluciones certificadas con las siguiente concentraciones.

TABLA No. 5.1

COMPUESTO	CONCENTRACION
FENOL	200 μ g/ml
m-CRESOL	200 μ g/ml
p-CRESOL	200 μ g/ml
o-CRESOL	200 μ g/ml
2,4,5-TRICLOROFENOL	200 μ g/ml
2,4,6-TRICLOROFENOL	200 μ g/ml
2,3,4,6-TETRACLOROFENOL	200 μ g/ml
PENTACLOROFENOL	200 μ g/ml

4.1.9 PROCEDIMIENTO.

4.1.9.1 CONFIGURACION DEL INSTRUMENTO.

CROMATOGRAFO DE GASES:	AUTOSYSTEM XL PERKIN ELMER.
AUTOMUESTRADOR:	N 611000A.
DETECTOR:	FID.

4.1.9.2 CONDICIONES DE OPERACION DEL CROMATOGRAFO DE GASES.

4.1.9.2.1 PARAMETROS DE OPERACION DE GASES.

Presión de salida del gas acarreador (He):	80 psi.
Presión de entrada al equipo GC:	5 psi
Presión de salida del gas comburente (aire grado cero):	80 psi
Presión de salida del gas combustible (hidrógeno grado cero):	80 psi

4.1.9.3 PARAMETROS DE INYECCION.

Tipo de puerto de inyección:	Split/Splitless PSS con PPC
Inyección:	Directa con Automuestrador.
Volumen de inyección:	1 μ l.
Temperatura del Puerto de inyección:	250 °C.

4.1.9.4 PARAMETROS DEL HORNO.

Columna: Megaboro PE-1, de 0,53 mm de diámetro
Interno 0.5 Om de espesor de película y
15 m de longitud.

Gas acarreador: He
Presión de entrada al equipo: 5 psi.
Programa de temperatura:
Temperatura inicial del horno: 50 °C Tiempo de duración: 1,5 min
Incremento de temperatura: 12 °C/min
Temperatura final: 250 °C Tiempo de duración: 0.0 min

4.1.9.5 CONDICIONES DE OPERACION DEL DETECTOR.

Detector : Ionización a la flama (FID)
Temperatura del detector : 300 °C
Gas comburente: aire grado cero
Flujo del gas comburente: 450 ml/min
Gas de combustión: hidrógeno
Flujo del gas de combustión: 50 ml/min

4.1.9.6 ACONDICIONAMIENTO DEL EQUIPO.

4.1.9.6.1 Conectar la columna megaboro PE-1 al inyector correspondiente.

4.1.9.6.2 Conectar la columna megaboro PE-1 al detector FID.

4.1.9.6.3 Ajustar las presiones de salida de los gases utilizados, y abrir las llaves de paso hacia el equipo.

4.1.9.6.4 Checar fugas en las conexiones realizadas tanto para el inyector como el detector con una solución de agua-metanol 1:1.

4.1.9.6.5 Encender el equipo GC.

4.1.9.6.6 Ajustar la presión del gas de arrastre (He), a la entrada del equipo en el tablero electrónico del GC, asegurar que el flujo sea 60 ml/min o menor a este.

4.1.9.6.7 Encender el detector FID y estabilizar a una temperatura de 150 °C.

4.1.9.6.8 Abrir la válvula de aguja del equipo para el hidrógeno y dejar que fluya 5 seg.

4.1.9.6.9 Presionar en el tablero electrónico del equipo la tecla "DETECT" una o dos veces para desplegar en la pantalla el detector FID, posteriormente presionar la tecla "ENTER", observar en la pantalla que el equipo está listo para iniciar el encendido de la flama, cuando se oprima la tecla "SET". Esta solo se oprimirá, después de abrir totalmente la válvula de aguja del aire e inmediatamente se oprime la tecla "SET".

Cerciorarse que la flama esté encendida, colocando un espejo sobre el detector. Si el espejo está empañado significa que la flama está encendida. Si esto no se presentara, cerrar las válvulas de aguja del aire e hidrógeno y repetir nuevamente los numerales 4.1.9.6.8 y 4.1.9.6.9.

4.1.9.6.10 Seleccionar todos los parámetros de operación del equipo descritos en los numerales 4.1.9.3 al 4.1.9.5.

4.1.9.6.11 Dejar estabilizar el equipo a las condiciones del método de análisis.

4.1.10 CALIBRACION.

4.1.10.1 Inyectar cada uno de los estándares de los componentes de la máxima concentración propuesta en el nivel 5 (tabla No. 7), para determinar su tiempo de retención (tr) y posteriormente identificar los compuestos.

4.1.10.2 Efectuar la curva de calibración de los estándares requeridos en el método de análisis, inyectando la mezcla de estándares de cada una de las concentraciones o niveles preparadas como mínimo 3 veces.

4.1.10.3 Preparación de mezcla de estándares.

4.1.10.3.1 A partir de los estándares de referencia puros o soluciones certificadas establecidas en la tabla no. 6, preparar 5 niveles de mezclas de los compuestos fenólicos, en concentraciones diferentes para construir la curva de calibración como se indica en la tabla No. 7.

TABLA No. 5.2

COMPUESTO	NIVEL 1 µg/ml	NIVEL 2 µg/ml	NIVEL 3 µg/ml	NIVEL 4 µg/ml	NIVEL 5 µg/ml
FENOL	10	13	15	20	25
o-CRESOL	150	175	200	225	250
m-CRESOL	150	175	200	225	250
p-CRESOL	150	175	200	225	250
2,4,5-TRICLOROFENOL	300	350	400	450	500
2,4,6-TRICLOROFENOL	1.5	2.0	4.0	7.0	10.0
2,3,4,6--TETRACLOROFENOL	1.0	1.5	3.0	5.0	8.0
PENTA CLOROFENOL	50	75	100	150	200

La preparación del NIVEL 1 al NIVEL 5 de la curva de calibración se obtiene a partir de los siguientes cálculos para cada uno de los compuestos:

DATOS:

Estándar de referencia:	FENOL
Concentración inicial (C1):	200 µg/ml
Volumen de preparación (V1):	X
Concentración deseada de la nueva solución (C2):	10 µg/ml
Volumen deseado de la nueva solución (V2):	1 ml

4.1.11 CALCULOS.

De la ecuación: $(C1)(V1)=(C2)(V2)$

Despejar V1: $V1=\frac{(C2)(V2)}{C1}$

Substituyendo los valores anteriores para calcular V1, se obtiene:

$$V1 = \frac{(10 \mu\text{g/ml})(1.0 \text{ ml})}{200 \mu\text{g/ml}} = 0.05 \text{ ml.}$$

A partir de los cálculos anteriores, determinar los volúmenes del estándar de referencia para los siguientes niveles de concentración del compuesto fenol.

COMPUESTO NIVEL	FENOL				
	NIVEL 1	NIVEL 2	NIVEL 3	NIVEL 4	NIVEL 5
CONCENTRACIÓN μg/ml	10	13	15	20	25
VOLUMEN DEL STD PRIMARIO (ml).	0.050	0.065	0.075	0.100	0.125

Realizar los mismos cálculos para los compuestos restantes y obtener los volúmenes requeridos para construir la curva de calibración (tabla No. 8).

TABLA No. 5.3

NIVEL VOLUMEN DEL STD PRIMARIO	NIVEL 1 ml.	NIVEL 2 ml.	NIVEL 3 ml.	NIVEL 4 ml.	NIVEL 5 ml.
FENOL	0.050	0.065	0.075	0.100	0.125
o-CRESOL	0.075	0.875	1.00	1.125	1.250
m-CRESOL	0.075	0.875	1.00	1.125	1.250
p-CRESOL	0.075	0.875	1.00	1.125	1.250
2,4,5-TRICLOROFENOL	1.500	1.75	2.00	2.250	2.500
2,4,6-TRICLOROFENOL	0.0075	0.01	0.02	0.035	0.050
2,3,4,6--TETRACLOROFENOL	0.005	0.0075	0.015	0.025	0.040
PENTACLOROFENOL	0.025	0.375	0.500	0.750	1.000

4.1.11.1 Programar el automuestreador para inyectar 1 μl en réplicas de 2, de los 5 niveles de los estándares de calibración preparados por triplicado.

4.1.12 Presentar cromatograma típico y datos del tiempo de retención de cualquier nivel de concentración de los estándares de referencia certificados del grupo de compuestos de fenoles.

4.2 METODOS DE ANALISIS DE PESTICIDAS ORGANOCLORADOS POR CG/ECD.

4.2.1 ALCANCE Y APLICACION.

La aplicación de este método es para determinar la presencia de los siguientes compuestos bajo los parámetros listados en la norma NOM-052-ECOL-93.

TABLA No. 5.4

PARAMETROS	LIMITE MAXIMO PERMISIBLE (mg/l)
HEXACLOROBENCENO	0.13
LINDANO	0.40
HEPTACLORO	0.008
EPOXIDO DE HEPTACLORO	0.008
ENDRIN	0.02
METOXICLORO	10.0
TOXAFENO	0.5

Estos compuestos son determinados por la técnica de Cromatografía de Gases con detector de Captura de Electrones (ECD).

La modificación de este método se sujetará a la aprobación y aplicación de procedimientos a prueba alternos.

4.2.2 RESUMEN DEL METODO.

La muestra extractada es analizada por la técnica de Cromatografía de Gases y Detector de Captura de Electrones (CG/ECD) usando una Columna Megaboro PE-1, de 0.53 mm de diámetro interno, 0.5 µm de espesor de película y 15 m. de longitud, con una velocidad de flujo del gas acarreador de 5 ml/min correspondientes a 3 psi. La temperatura de la columna es programada con una rampa de temperatura la cual va de 50 °C por un período de tiempo de 1 min con incremento de 12°C /min hasta 175°C y después incremento de temperatura de 2 °C/min hasta llegar a 250 °C con un período de duración de 0 min.

Para el análisis cualitativo de los compuestos en el extracto se efectua usando el tiempo de retención y la respuesta en el detector ECD. El análisis cuantitativo se lleva acabo usando las técnicas de estándar externo.

4.2.3 PRECAUCIONES DE SEGURIDAD.

El carácter toxicológico o cancerígeno de cada compuesto en el grupo de pesticidas organoclorados se describe ampliamente en el anexo No. 3, por lo que se recomienda revisar este anexo y tomar todas las medidas de seguridad necesarias como usar lentes, guantes, mascarilla, etc.

Por otra parte la preparación de los estándares de estos compuestos se deberán efectuarse en una campana de extracción.

La toxicidad o cancerígeno de cada reactivo usado en este método no ha sido definida, sin embargo cada reactivo deberá ser tratado como un compuesto potencialmente riesgoso para la salud. Por tal motivo, la exposición a estos productos químicos deberá ser reducida al máximo por cualquier medio al alcance.

4.2.4 MUESTREO.

Seguir la técnica convencional de muestreo que marca la Norma Oficial Mexicana NOM-AAA-15-1985.

Todas las muestras deberán ser refrigeradas a 4 °C desde el momento de la recolección hasta la extracción.

Todas las muestras deberán ser extraídas dentro de los 7 días posteriores a su recolección y analizadas dentro de los 40 posteriores a la extracción.

4.2.5 INTERFERENCIAS.

Las interferencias en el método pueden originarse por sustancias contaminantes de los disolventes, reactivos, material de vidrio y otros dispositivos del proceso de muestras que conducen a la producción de partículas discretas aberrantes y/o elevadas líneas de base en la salida del detector. Compruébese de forma rutinaria que todos los materiales y reactivos se hallan exentos de interferencias en las condiciones del análisis mediante el paso de blancos de reactivos a las mismas condiciones del análisis en el laboratorio.

En el anexo No. 2, se establece un procedimiento de lavado para evitar las interferencias de los materiales de vidrio y un procedimiento preventivo para evitar las interferencias por reactivos contaminados.

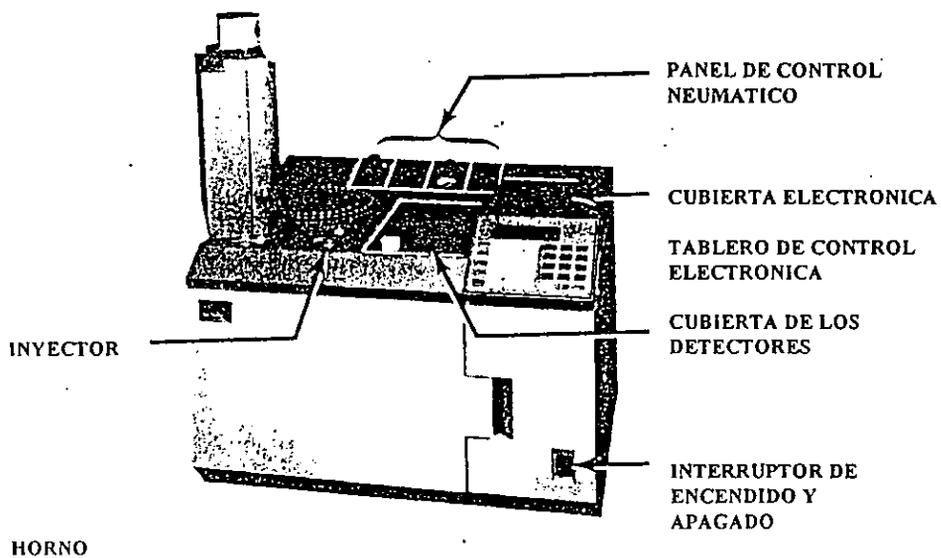
4.2.6 EQUIPO DE LABORATORIO.

4.2.6.1 Cromatógrafo de gases computarizado con:

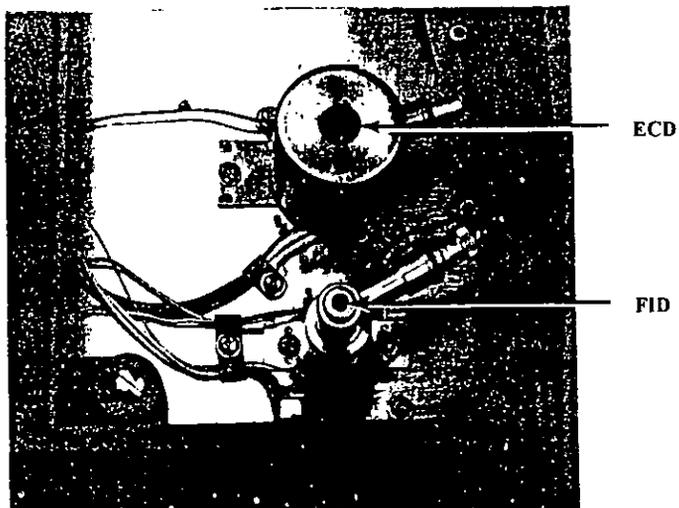
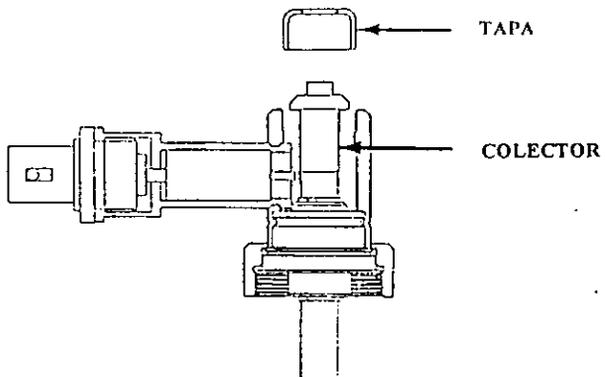
- a).- Dos puestos de inyección con control de temperaturas hasta 450 °C y manejo de Split/Splitless, con opción a columna capilar Megaboro.
- b).- Detector selectivo de ionización a la flama (FID), con amplificador, regulador de presión para hidrógeno, y válvula de aguja para aire.
No requiere de gas de ayuda (Make-Up Gas), cuando se utiliza con columnas capilares.
- c).- Detector selectivo de Captura de Electrones (ECD), incluye amplificador y válvula de aguja para gas de ayuda (Make-Up Gas).
- d).- Computadora, impresora y Software para procesamiento de datos y control del instrumento, alimentación de corriente a 120 Volts y 60 Hz.
- e).- Horno, el cual cuenta con programación de temperaturas, con opción a tener varios niveles de diferentes rampas y un límite máximo de al menos 420 °C.
- f).- Automuestreador para compuestos no purgables fase líquida.
- g).- Regulador Externo de tres KVA. Para el funcionamiento global del sistema del Cromatógrafo de Gases.

4.2.6.2 Columna Megaboro PE-1, de 0.53 mm de diámetro interno, 0.5 µm de espesor de película y 15 m de longitud.

- * Temperatura mínima de trabajo: -60 °C
- * Temperatura máxima de trabajo: 300 °C.



UBICACION DE PARTES IMPORTANTES EN EL CROMATOGRFO DE GASES.



LOCALIZACION DE LOS DETECTORES EN EL CROMATOGRFO DE GASES.

4.2.7 MATERIALES.

Micropipeta Hamilton de 1000 µl
Matraces aforados de 1, 2, 5 y 10 ml.
Microjeringa Hamilton de 10, 25, 50, 100 y 500 µl.
Pipetas Pasteur.
Viales de 2 ml con tapa y septum.
Engargoladora.

4.2.8 REACTIVOS.

4.2.8.1 Metanol grado pesticida.

4.2.8.2 Hexano grado pesticida.

4.2.8.3 Estándares de referencia puros o soluciones certificadas con las siguiente concentraciones.

TABLA No. 5.5

PARAMETROS	CONCENTRACION (mg/l)
HEXACLOROBENCENO	100
LINDANO	100
HEPTACLORO	100
EPOXIDO DE HEPTACLORO	100
ENDRIN	100
METOXICLORO	100
TOXAFENO	100

4.2.9 PROCEDIMIENTO.

4.2.9.1 CONFIGURACION DEL INSTRUMENTO.

CROMATOGRAFO DE GASES	AUTOSYSTEM XL PERKIN ELMER.
AUTOMUESTRADOR	N 611000A.
DETECTOR	ECD.

4.2.9.2 CONDICIONES DE OPERACION DEL CROMATOGRAFO DE GASES.

4.2.9.2.1 PARAMETROS DE OPERACION DE GASES.

Presión de salida del gas acarreador (He):	80 psi.
Presión de entrada al equipo GC:	3 psi
Presión de salida del gas auxiliar (nitrógeno grado cero):	80 psi

4.2.9.3 PARAMETROS DE INYECCION.

Tipo de puerto de inyección:	Split/Splitless PSS con PPC
Inyección:	Directa con Automuestrador.
Volumen de inyección:	1 µl.
Temperatura del Puerto de inyección:	300 °C.

4.2.9.4 PARAMETROS DEL HORNO.

Columna:	Megaboro PE-1, de 0.53 mm de diámetro interno, 0.5 µm de espesor de película y 15 m de longitud.	
Gas acarreador:	He	
Presión de entrada al equipo:	3 psi.	
Programa de temperatura:		
Temperatura inicial del horno	175 °C	Tiempo de duración: 0.0 min.
Incremento de temperatura	2 °C/min	
Temperatura final	250 °C	Tiempo de duración: 0.0 min.

4.2.9.5 CONDICIONES DE OPERACION DEL DETECTOR.

Detector :	Captura de Electrones (ECD).
Temperatura del detector	350 °C
Gas auxiliar	nitrógeno grado cero
Flujo del gas auxiliar	35 ml/min

4.2.9.6 ACONDICIONAMIENTO DEL EQUIPO.

4.2.9.6.1 Conectar la columna megaboro PE-1 al inyector correspondiente.

4.2.9.6.2 Conectar la columna megaboro PE-1 al detector ECD.

4.2.9.6.3 Ajustar las presiones de salida de los gases utilizados, y abrir las llaves de paso hacia el equipo.

4.2.9.6.4 Checar fugas en las conexiones realizadas tanto para el inyector como el detector con una solución de agua-metanol 1:1.

4.2.9.6.5 Encender el equipo GC.

4.2.9.6.6 Abrir la válvula de aguja del equipo para ajustar el flujo del gas auxiliar (N), dejar que fluya 5 seg.

4.2.9.6.7 Seleccionar todos los parámetros de operación del equipo descritos en los numerales 4.2.9.3 al 4.2.9.5.

4.2.9.6.8 Dejar estabilizar el equipo a las condiciones del método de análisis.

4.2.10 CALIBRACION.

4.2.10.1 Inyectar cada uno de los estándares de los componentes de la máxima concentración propuesta en el nivel 5 (tabla No. 11), para determinar su tiempo de retención (tr) y posteriormente identificar los compuestos.

4.2.10.2 Efectuar la curva de calibración de los estándares requeridos en el método de análisis, inyectando la mezcla de estándares de cada una de las concentraciones o niveles preparados como mínimo 3 veces.

4.2.10.3 Preparación de mezcla de estándares.

4.2.10.3.1 De los estándares de referencia puros o soluciones certificados establecidos en la tabla No. 10, preparar 5 niveles de mezclas de los compuestos pesticidas organoclorados, en concentraciones diferentes para construir la curva de calibración como se indica en la tabla No.11.

TABLA No. 5.6

COMPUESTO	NIVEL 1 µg/ml	NIVEL 2 µg/ml	NIVEL 3 µg/ml	NIVEL 4 µg/ml	NIVEL 5 µg/ml
HEXACLOROBENCENO	0.03	0.05	0.13	0.2	0.3
LINDANO	0.1	0.2	0.4	0.6	0.8
HEPTACLORO	0.004	0.005	0.008	0.01	0.02
EPOXIDO DE HEPTACLORO	0.004	0.005	0.008	0.01	0.02
ENDRIN	0.005	0.01	0.02	0.05	0.1
METOXICLORO	2	5	10	13	15

La preparación del NIVEL 1 al NIVEL 5 de la curva de calibración se obtienen a partir de los siguientes cálculos para cada uno de los compuestos:

DATOS.

Estándar de referencia:

Concentración inicial (C1):

Volumen de preparación (V1):

Concentración deseada de la nueva solución (C2):

Volumen deseado de la nueva solución (V2):

HEXACLOROBENCENO.

5 µg/ml

X

0.03 µg/ml

1 ml

4.2.11 CALCULOS.

De la ecuación: $(C1)(V1)=(C2)(V2)$

Despejar V1: $V1 = \frac{(C2)(V2)}{C1}$

Substituyendo los valores anteriores para calcular V1, se obtiene:

$$V1 = \frac{(0.03 \mu\text{g/ml})(1.0 \text{ ml})}{5 \mu\text{g/ml}} = 0.006 \text{ ml.}$$

A partir de los cálculos anteriores se determinaron los volúmenes del estándar de referencia para los siguientes niveles de concentración para el compuesto hexaclorobenceno.

COMPUESTO	HEXACLOROBENCENO				
NIVEL	NIVEL 1	NIVEL 2	NIVEL 3	NIVEL 4	NIVEL 5
CONCENTRACION µg/ml	0.03	0.05	0.13	0.2	0.3
VOLUMEN DEL STD PRIMARIO (ml).	0.006	0.01	0.026	0.04	0.06

Realizar los mismos cálculos para los compuestos restantes y obtener los volúmenes requeridos para construir la curva de calibración (tabla No.12).

TABLA No. 5.7

NIVEL	NIVEL 1	NIVEL 2	NIVEL 3	NIVEL 4	NIVEL 5
VOLUMEN DEL STD PRIMARIO	ml.	ml.	ml.	ml.	ml.
HEXACLOROBENCENO	0.006	0.01	0.026	0.04	0.06
LINDANO	0.02	0.04	0.08	0.12	0.16
HEPTACLORO	0.0008	0.0010	0.0016	0.002	0.004
EPOXIDO DE HEPTACLORO	0.0008	0.0010	0.0016	0.002	0.004
ENDRIN	0.0010	0.002	0.004	0.01	0.02
METOXICLORO	0.4	1.0	0.20	2.6	3.0

4.1.11.1 Programar el automuestreador para inyectar 1 µl en réplicas de 2, de los 5 niveles de los estándares de calibración preparados por triplicado.

4.2.12 Presentar cromatograma típico y datos del tiempo de retención de cualquier nivel de concentración de los estándares de referencia certificados del grupo de compuestos de pesticidas organoclorados.

5. PARTE EXPERIMENTAL.

5.1 APLICACION DE LOS METODOS.

5.1.1 OBJETIVO GENERAL.

Elaborar un manual de procedimientos para determinar compuestos orgánicos no purgables comprendidos en los grupos de pesticidas organoclorados y fenoles establecidos en la NOM-052-ECOL/93, a partir del procedimiento de extracción para compuestos tóxicos (procedimiento PECT), descrito en la NOM-053-ECOL/93, en muestras ambientales que se codificaron con el siguiente número:

BCO.M 6831308
M 6831308
M 6841308
M 6851308
M 6861308
M 6871308

5.1.2 OBJETIVOS ESPECIFICOS:

5.1.2.1 Identificar los picos característicos de cada compuesto que integran el grupo de pesticidas organoclorados (hexaclorobenceno, lindano, heptacloro, epóxido de heptacloro, endrin y metoxicloro), así como los compuestos que integran el grupo de fenoles (fenol, o-cresol, p-cresol, 2,4,5 triclorofenol, 2,3,4,6 tetraclorofenol y pentaclorofenol), utilizando estándares certificados de referencia y establecer su tiempo de retención, con las condiciones de operación que se establecen en los procedimientos de los métodos de análisis de pesticidas organoclorados y fenoles.

5.1.2.2 Construir las curvas de calibración para los métodos de pesticidas organoclorados y fenoles, con el análisis de diferentes niveles de concentración para mezclas de estándares certificados, en proporción de volumen establecidos en las tablas No.8 y No. 12 respectivamente.

5.1.2.3 Preparar las muestras de acuerdo a los procedimientos de extracción con embudo de separación, limpieza con columna de florisil y concentración utilizando el equipo de rotavapor, descritos en este manual para evitar posibles interferencias o contaminación y determinar cuantitativamente los compuestos establecidos en los grupos de pesticidas organoclorados y fenoles.

5.1.3 INTRODUCCION.

El procedimiento de extracción para compuestos tóxicos (PECT) se publicó en el Diario Oficial de la Federación como norma oficial mexicana para determinar los constituyentes orgánicos que hacen a un residuo peligroso por su toxicidad al ambiente.

El análisis de compuestos no purgables contempla los grupos de pesticidas organoclorados y fenoles.

Las muestras se analizaron en el área de cromatografía de gases perteneciente al laboratorio de la Zona Metropolitana de la Ciudad de México de la Procuraduría Federal de Protección al Ambiente (PROFEPA).

Las muestras se clasificaron con un número de código para el control estadístico de entrada de muestras y salida de resultados (reportes) y fueron analizadas a partir de la técnica de Cromatografía de Gases, empleando el Detector de Captura de Electrones para los compuestos comprendidos en el grupo de pesticidas organoclorados y el Detector de Ionización de Flama para los compuestos especificados en el grupo de fenoles.

5.1.4 METODOLOGIA.

5.1.4.1 Aparatos o materiales:

5.1.4.1.1. Material utilizado en el numeral 3.3.1.4 del método de extracción líquido-líquido en embudo de separación.

5.1.4.1.2. Material utilizado en el numeral 3.4.4 del método de limpieza con columna de florisil.

5.1.4.1.2. Material utilizado en el numeral 3.5.2.1 del método de concentración del extracto orgánico con equipo de rotavapor.

5.1.4.2 Reactivos:

5.1.4.2.1. Reactivos utilizados en el numeral 3.3.1.5 del método de extracción líquido-líquido en embudo de separación.

5.1.4.2.2. Reactivos utilizados en el numeral 3.4.5 del método de limpieza con columna de florisil.

5.1.5 PROCEDIMIENTO PARA DETERMINACION DE PESTICIDAS ORGANOCORADOS.

5.1.5.1 Las muestras se sometieron al procedimiento de extracción de constituyentes tóxicos (extracción PECT) que establece la NOM-053-ECOL/93, que se presenta en el punto 3.1.

5.1.5.2 A los extractos PECT se les aplicó el método de extracción del numeral 3.1.1 de extracción líquido-líquido en embudo de separación, puesto que las muestras se presentaron en fase acuosa.

5.1.5.3. Se aplicó el método de limpieza del numeral 3.4 en columna de florisil para eliminar la humedad y las interferencias presentes en las muestras.

5.1.5.4 Para concentrar el extracto orgánico se utilizó el procedimiento de concentración con un equipo de rotavapor que se muestra en el numeral 3.5.2.

5.1.5.5 Se utilizó el método de análisis de pesticidas organoclorados descrito en el punto 4.2, inyectando 1 µl de cada muestra.

5.1.6 RESULTADOS.

Los resultados obtenidos del procedimiento de análisis de pesticidas organoclorados (numeral 4.2) se conforman de lo siguiente:

5.1.6.1 CONDICIONES DE OPERACION DEL METODO PARA EL GRUPO DE PESTICIDAS ORGANOCORADOS POR CROMATOGRAFIA DE GASES CON DETECTOR DE CAPTURA DE ELECTRONES

Method Editor - C:\TC4\DATA\PESTICI1.MTH

CONDICIONES DE CONTROL Y ADQUISICION DEL INSTRUMENTO.

Instrument Name : AUTOSYS_1:A
Experiment Time : 28.50 min
Delay Time : 0.00 min
Run Time : 28.50 min

CONDICIONES DE OPERACION DEL INYECTOR.

Inj B °C
Temp. Inj B 300 °C
Inj B . PSSI

CONDICIONES DE OPERACION DEL DETECTOR .

Detector B . ECD
Temp. Dgt B 350 °C
Inlet B . PSSI

CONDICIONES DE OPERACION DEL AUTOMUESTREADOR.

Injection : AUTO
Injection Volume : 1.0 µL
Sampling Rate : 1.56250 pts/s
Channel : B

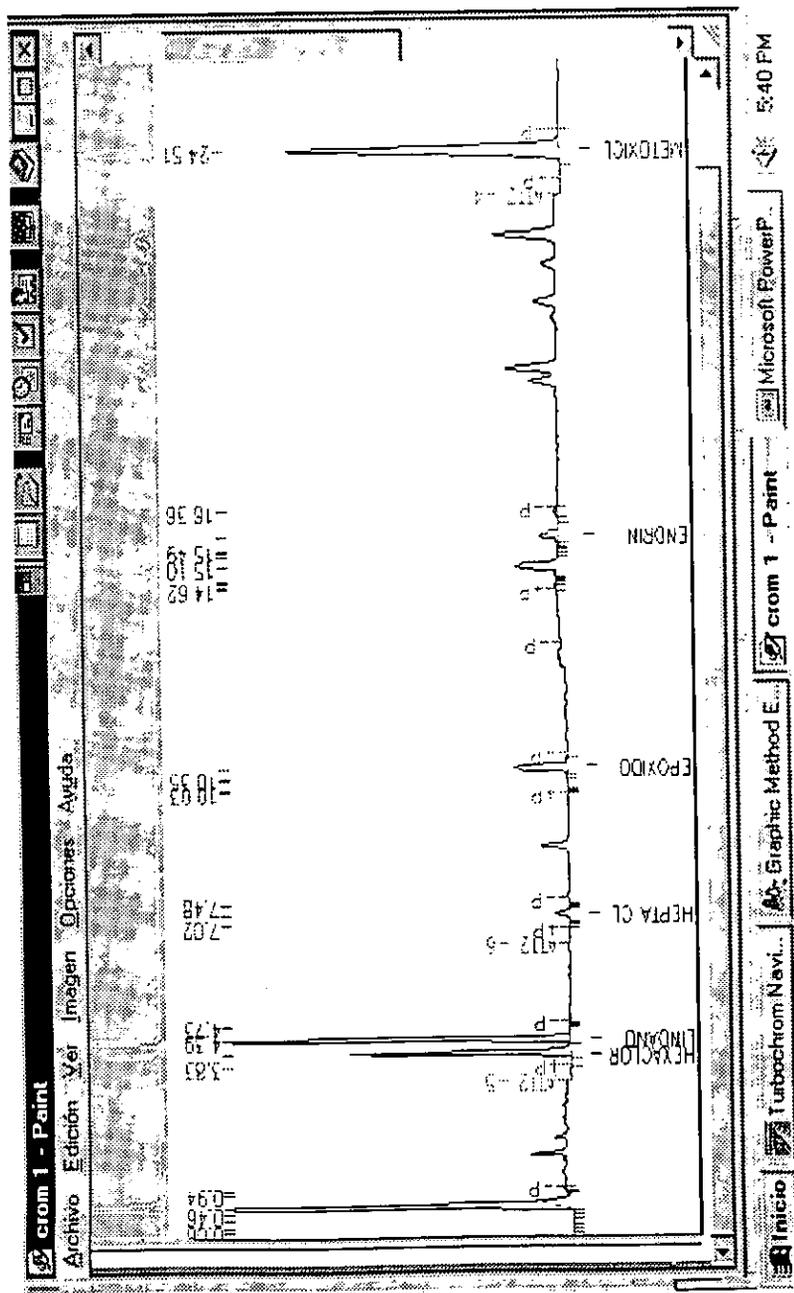
CONDICIONES DE OPERACION DEL HORNO.

Oven Temperature Program
Initial Temperature : 150 deg for 1.00 min
Ramp 1 . 2.0 deg/min to 205 deg. hold for 0.00 min

CONDICIONES DE OPERACION DE LA COLUMNA CROMATOGRAFICA Y GAS ACARREADOR.

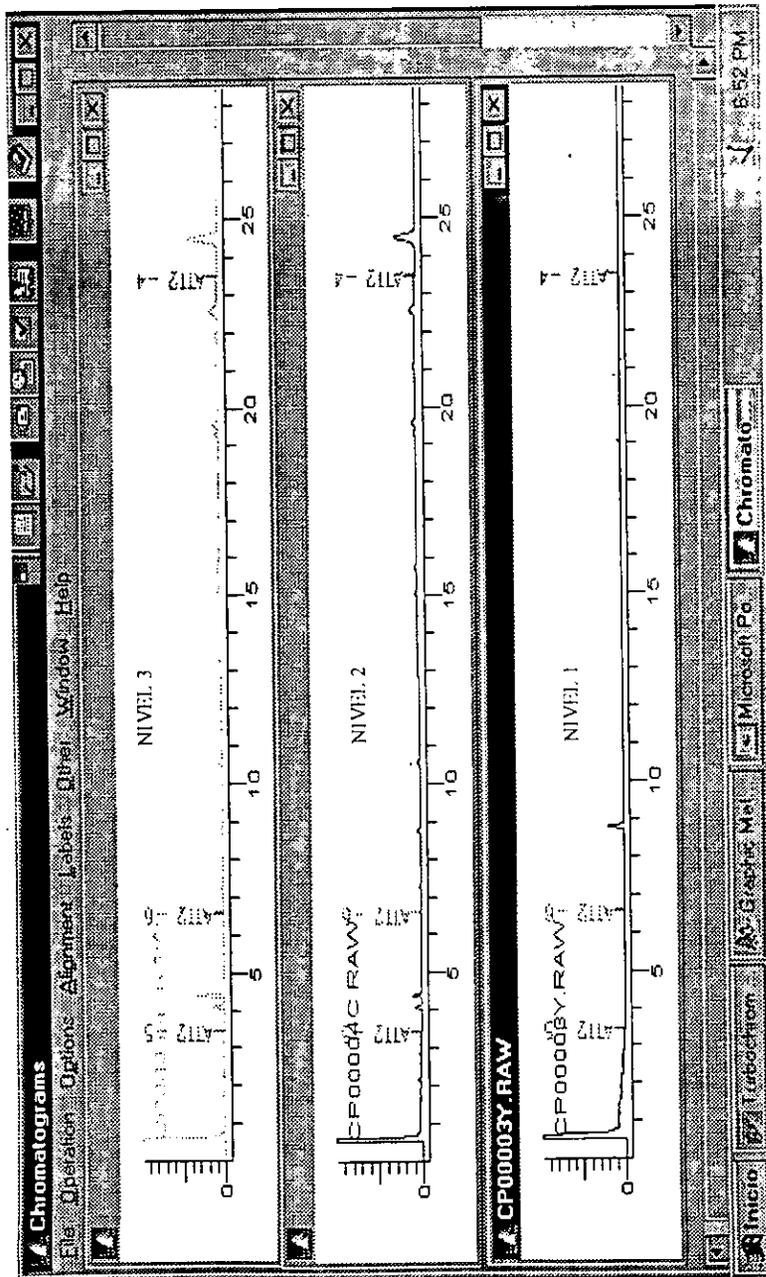
Capillary GC	-
Instrument	: AUTOSYSTEM XL
Column	: PE-1
Column Length	: 15 m
Carrier Gas	: HELIO
Flow Rate	: 5.0 ML/MIN (3 PSI)

FIGURA No. 4



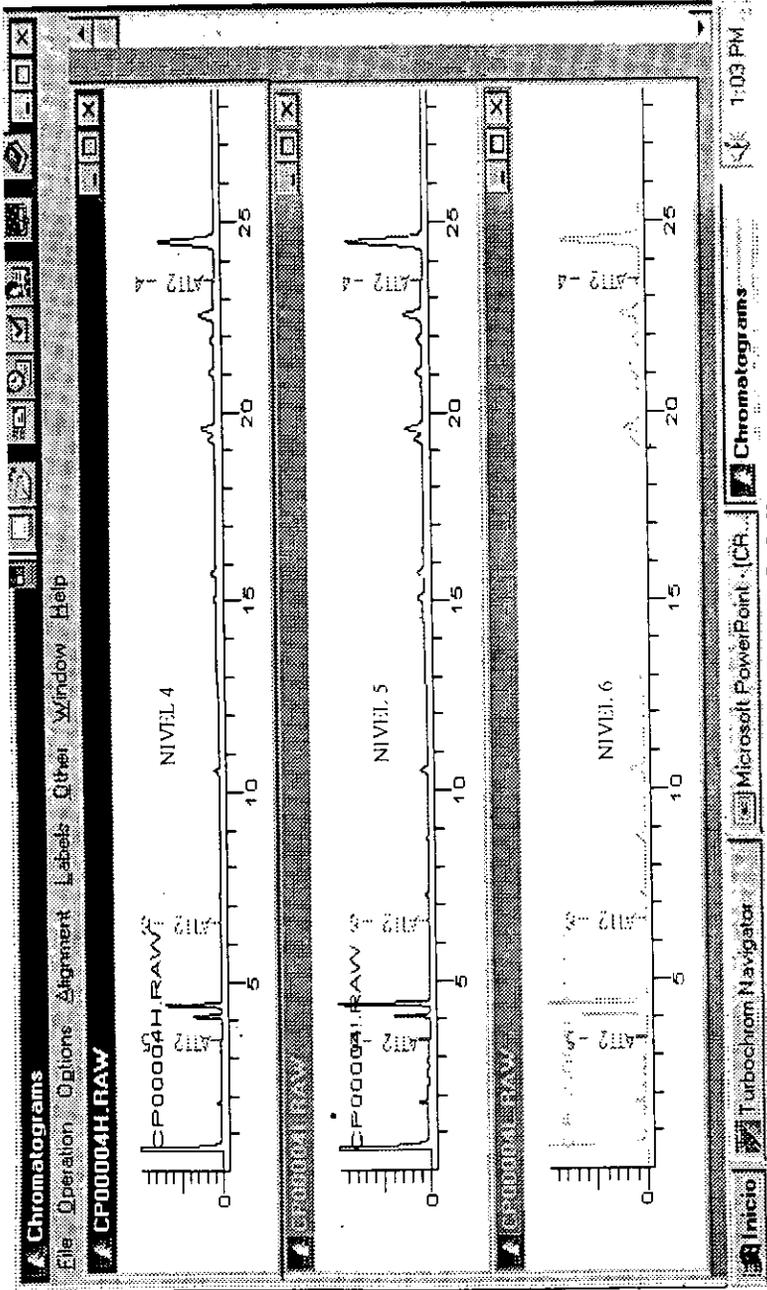
5.1.6.2 - CROMATOGRAMA TIPICO DE LOS COMPUESTOS ESTABLECIDOS EN EL METODO DEL GRUPO DE PESTICIDAS ORGANOCORADOS.

FIGURA No. 5



5.1.6.3 • CROMATOGRAMAS CORRESPONDIENTES A LOS DIFERENTES NIVELES DE CONCENTRACION DE LOS ESTANDARES DE REFERENCIA DEL GRUPO DE PESTICIDAS ORGANOCLORADOS, UTILIZADOS EN LA CURVA DE CALIBRACION.

FIGURA No. 6



CONTINUACION

5.1.6.3 • CROMATOGRAMAS CORRESPONDIENTES A LOS DIFERENTES NIVELES DE CONCENTRACION DE LOS ESTANDARES DE REFERENCIA DEL GRUPO DE PESTICIDAS ORGANOCLORADOS, UTILIZADOS EN LA CURVA DE CALIBRACION.

5.1.6.4 Tabla de tiempos de retención para los compuestos establecidos en el grupo de pesticidas organoclorados.

TABLA No. 6.1a
(Se muestra en la página siguiente)

5.1.6.4.1 Tablas de los niveles de concentración y respuesta de área para cada uno de los compuestos que integran el grupo de pesticidas organoclorados para la elaboración de las curvas de calibración.

COMPUESTO	No. DE TABLA
HEXACLOROBENCENO	TABLA No. 6.1b
LINDANO	TABLA No. 6.2
HEPTACLORO	TABLA No. 6.3
EPOXIDO DE HEPTACLORO	TABLA No. 6.4
ENDRIN	TABLA No. 6.5
METOXICLORO	TABLA No. 6.6

(Se presentan en las siguientes páginas)

5.1.6.4.2 Curva de calibración de cada compuesto perteneciente al grupo de pesticidas organoclorados, elaboradas con las tablas de los niveles de concentración, descritas anteriormente (TABLAS No. 6.1b, 6.2, 6.3, 6.4 6.5 y 6.6).

COMPUESTO	CURVA DE CALIBRACION
HEXACLOROBENCENO	FIGURA No. 6.1
LINDANO	FIGURA No. 6.2
HEPTACLORO	FIGURA No. 6.3
EPOXIDO DE HEPTACLORO	FIGURA No. 6.4
ENDRIN	FIGURA No. 6.5
METOXICLORO	FIGURA No. 6.6

(Se presentan en las siguientes páginas)

TABLA No. 6.1a
TIEMPOS DE RETENCION DE LOS -
COMPUESTOS DEL GRUPO DE PESTI-
CIDAS ORGANOCLORADOS

#	Time	Component Name
1	4.086	HEXACLOROBENCENO
2	4.401	LINDANO
3	7.267	HEPTACLORO
4	10.579	EPOXIDO DE HEPTACLORO
5	15.789	ENDRIN
6	24.515	METOXICLORO

TABLA No. 6.1b

Component	HEXACLOROBENCENO		
Type	Single Peak Component		
Retention	4.086min		
Window	0.00s	3.00%	
NIVELES DE CONCENTRACION EN PPM PARA ELABORAR LA CURVA DE CALIBRACION DEL HEXACLOROBENCENO.			
Reference	15TD Comp		
Response	Peak Area		
Curve	1st Order		
Scaling	1.0	Weighting 1.0	
Calibration Levels			
Level	Amount	Area	Height
1	0.0300	400069.73	0.00
2	0.0500	779728.66	0.00
3	0.1300	1653091.80	0.00
4	0.2000	1877563.92	0.00
5	0.3000	3292621.83	0.00

FIGURA No. 6.1

#	Time	Component Name
1	4.086	HEXACLOROBENCENO
2	4.401	LINDANO
3	7.267	HEPTACLORO
4	10.579	EPOXIDO DE HEPTACLORO
5	15.789	ENDRIN
6	24.515	METOXICLORO

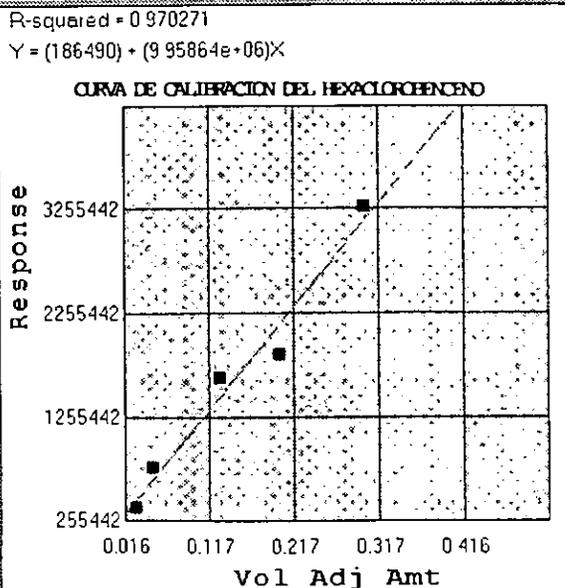


TABLA No. 6.1a

TIEMPOS DE RETENCION DE LOS COMPUESTOS DEL GRUPO DE PESTICIDAS ORGANOCORADOS.

#	Time	Component Name
1	4.086	HEXACLOROBENCENO
2	4.401	LINDANO
3	7.267	HEPTACLORO
4	10.579	EPOXIDO DE HEPTACLORO
5	15.789	ENDRIN
6	24.515	METOXICLORO

TABLA No. 6.2

Component: LINDANO
 Type: Single Peak Component
 Retention: 4.401min
 Window: 0.00s 3.00%

NIVELES DE CONCENTRACION EN PPM PARA ELABORAR LA CURVA DE CALIBRACION DEL LINDANO.

Reference
 ISTD Comp

Response: Peak Area
 Curve: 1st Order
 Scaling: 1.0 Weighting: 1.0

Calibration Levels Level	Amount	Area	Height
1	0.1000	514087.40	0.00
2	0.2000	1503939.86	0.00
3	0.4000	3204599.36	0.00
4	0.6000	4568787.53	0.00
5	0.8000	5473418.01	0.00

FIGURA No. 6.2

#	Time	Component Name
1	4.086	HEXACLOROBENCENO
2	4.401	LINDANO
3	7.267	HEPTACLORO
4	10.579	EPOXIDO DE HEPTACLORO
5	15.789	ENDRIN
6	24.515	METOXICLORO

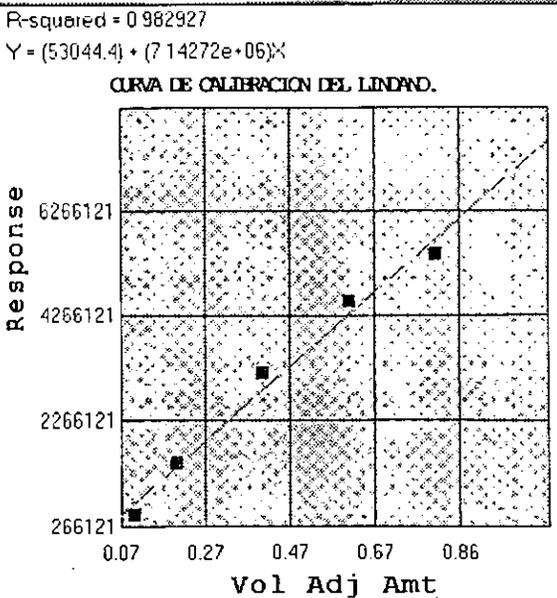


TABLA No. 6.1a
**TIEMPOS DE RETENCIÓN DE LOS COM-
 PUESTOS DEL GRUPO DE PESTICIDAS
 ORGANOCORORADOS.**

#	Time	Component Name
1	4.086	HEXACOROBENCENO
2	4.401	LINDANO
3	7.267	HEPTACORO
4	10.579	EPOXIDO DE HEPTACORO
5	15.789	ENDRIN
6	24.515	METOXICORO

TABLA No. 6.3

Component : HEPTACORO			
Type : Single Peak Component			
Retention : 7.267min			
Window : 0.00s 3.00%			
NIVELES DE CONCENTRACION EN RM PARA ELABORAR LA CURVA DE CALIBRACION DEL HEPTACORO.			
Reference :			
ISTD Comp :			
Response : Peak Area			
Curve : 1st Order			
Scaling : 1.0 Weighting : 1.0			
Calibration Levels			
Level	Amount	Area	Height
1	0.0040	95417.49	0.00
2	0.0050	119500.73	0.00
3	0.0080	169569.50	0.00
4	0.0100	169851.25	0.00
5	0.0200	231458.54	0.00

FIGURA No. 6.3

#	Time	Component Name
1	4.086	HEXACOROBENCENO
2	4.401	LINDANO
3	7.267	HEPTACORO
4	10.579	EPOXIDO DE HEPTACORO
5	15.789	ENDRIN
6	24.515	METOXICORO

R-squared = 0.902872
 $Y = (83611.6) + (7.82424e+06)X$

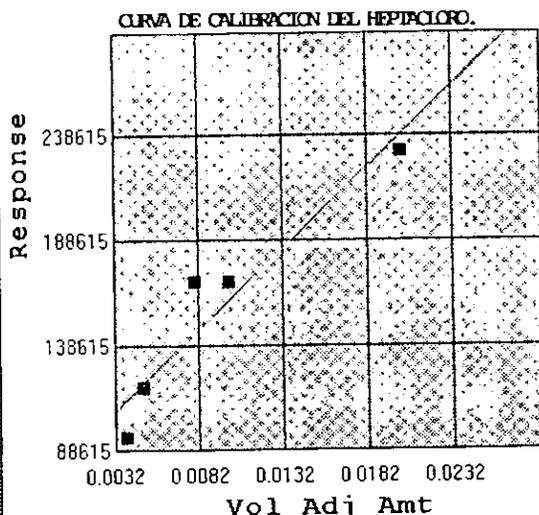


TABLA No. 6.1a

TIEMPOS DE RETENCION DE LOS COM-
PUESTOS DEL GRUPO DE PESTICIDAS
ORGANOCORADOS.

#	Time	Component Name
1	4.086	HEXACLOROBENCENO
2	4.401	LINDANO
3	7.267	HEPTACLORO
4	10.579	EPOXIDO DE HEPTACLORO
5	15.789	ENDRIN
6	24.515	METOXICLORO

TABLA No. 6.4

Component: EPOXIDO DE HEPTACLORO			
Type: Single Peak Component			
Retention: 10.579min			
Window: 0.00s 3.00%			
NIVELES DE CONCENTRACION EN PPM PARA ELABORAR LA CURVA DE CALIBRACION DEL EPOXIDO DE HEPTACLORO.			
Reference: ISTD Comp.			
Response: Peak Area			
Curve: 1st Order			
Scaling: 1.0 Weighting: 1.0			
Calibration Levels			
Level	Amount	Area	Height
1	0.0040	210898.47	0.00
2	0.0050	279841.50	0.00
3	0.0080	525582.94	0.00
4	0.0100	575804.90	0.00
5	0.0200	1209365.27	0.00

FIGURA No. 6.4

#	Time	Component Name
1	4.086	HEXACLOROBENCENO
2	4.401	LINDANO
3	7.267	HEPTACLORO
4	10.579	EPOXIDO DE HEPTACLORO
5	15.789	ENDRIN
6	24.515	METOXICLORO

R-squared = 0.994402

$$Y = (-19314) + (6.16737e+07)X$$

CURVA DE CALIBRACION DEL EPOXIDO DE HEPTACLORO.

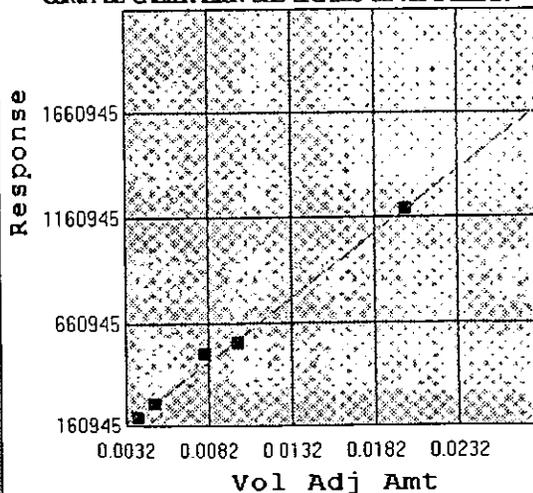


TABLA No. 6.1a
TIEMPOS DE RETENCION DE LOS COMUESTOS DEL GRUPO DE PESTICIDAS ORGANOCLORADOS.

#	Time	Component Name
1	4.086	HEXACLOROBENCENO
2	4.401	LINDANO
3	7.267	HEPTACLORO
4	10.579	EPOXIDO DE HEPTACLORO
5	15.789	ENDRIN
6	24.515	METOXCICLORO

TABLA No. 6.5

Component : ENDRIN
 Type : Single Peak Component
 Retention : 15.789min
 Window : 0.00s 3.00%

NIVELES DE CONCENTRACION EN PPM PARA ELABORAR LA CURVA DE CALIBRACION DEL ENDRIN.

Reference :
 ISTD Comp :

Response: Peak Area
 Curve: 3rd Order
 Scaling: 10 Weighting: 1.0

Calibration Levels	Amount	Area	Height
1	0.0050	216596.66	0.00
2	0.0100	317411.56	0.00
3	0.0200	470294.11	0.00
4	0.0500	664888.57	0.00
5	0.1000	665848.69	0.00

FIGURA No. 6.5

#	Time	Component Name
1	4.086	HEXACLOROBENCENO
2	4.401	LINDANO
3	7.267	HEPTACLORO
4	10.579	EPOXIDO DE HEPTACLORO
5	15.789	ENDRIN
6	24.515	METOXCICLORO

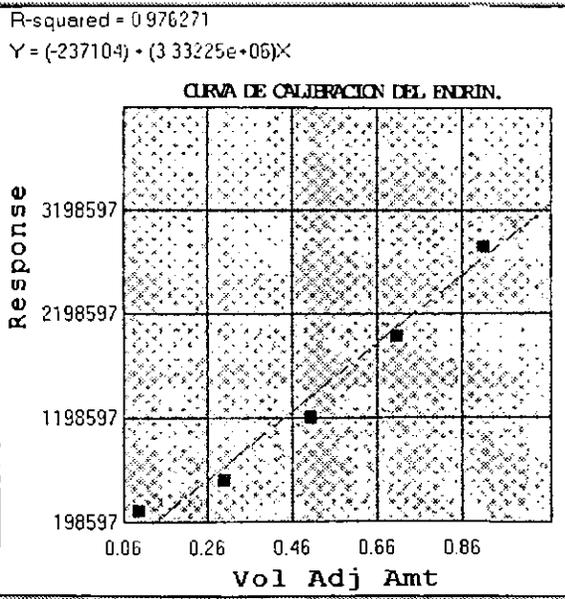


TABLE No. 6.1a

TIEMPOS DE RETENCION DE LOS COMPUESTOS DEL GRUPO DE PESTICIDAS ORGANOCLORADADOS.

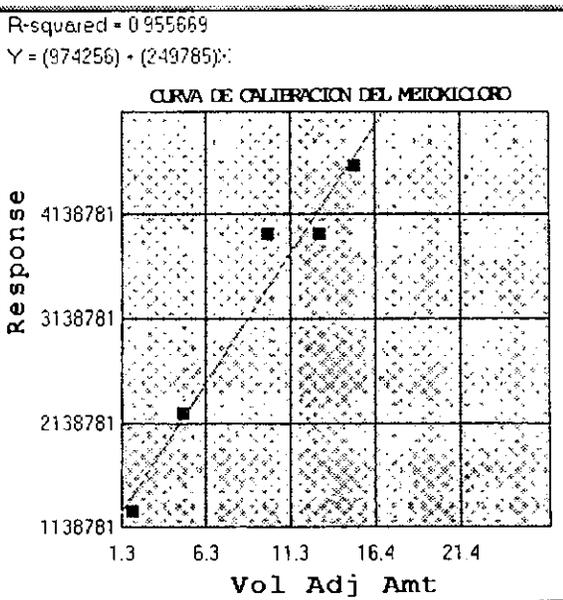
#	Time	Component Name
1	4.086	HEXACLOROBENCENO
2	4.401	LINDANO
3	7.267	HEPTACLORO
4	10.579	EPOXIDO DE HEPTACLORO
5	15.789	ENDRIN
6	24.515	METOXICLORO

TABLE No. 6.6

Component	METOXICLORO		
Type	Single Peak Component		
Retention	24.515min		
Window	0.00:	3.00%	
Reference	ISTD Comp		
Response	: Peak Area		
Curve	: 1st Order		
Scaling	: 1.0	Weighting : 1.0	
Calibration Levels			
Level	Amount	Area	Height
1	2.0000	1304943.86	0.00
2	5.0000	2248626.66	0.00
3	10.0000	3961596.92	0.00
4	13.0000	3968218.10	0.00
5	15.0000	4626205.93	0.00

FIGURA No. 6.6

#	Time	Component Name
1	4.086	HEXACLOROBENCENO
2	4.401	LINDANO
3	7.267	HEPTACLORO
4	10.579	EPOXIDO DE HEPTACLORO
5	15.789	ENDRIN
6	24.515	METOXICLORO

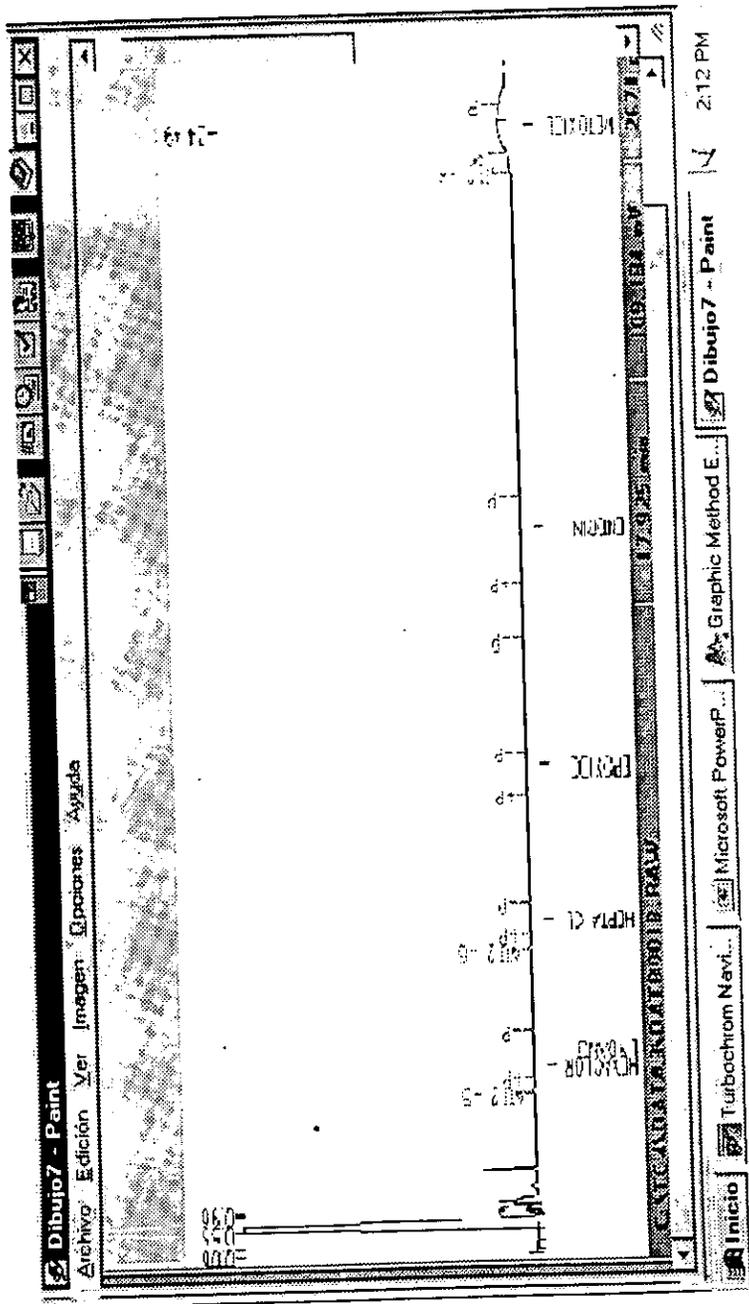


5.1.6.5 Cromatogramas del análisis de pesticidas organoclorados para las muestras: BCOM6831308BAS, M6831308BAS, M6841308BAS, M6851308BAS, M6861308BAS y M6871308BAS.

No. DE MUESTRA	CROMATOGRAMA
BCOM6831308BAS	FIGURA No. 7
M6831308BAS	FIGURA No. 8
M6841308BAS	FIGURA No. 9
M6851308BAS	FIGURA No. 10
M6861308BAS	FIGURA No. 11
M6871308BAS	FIGURA No. 12

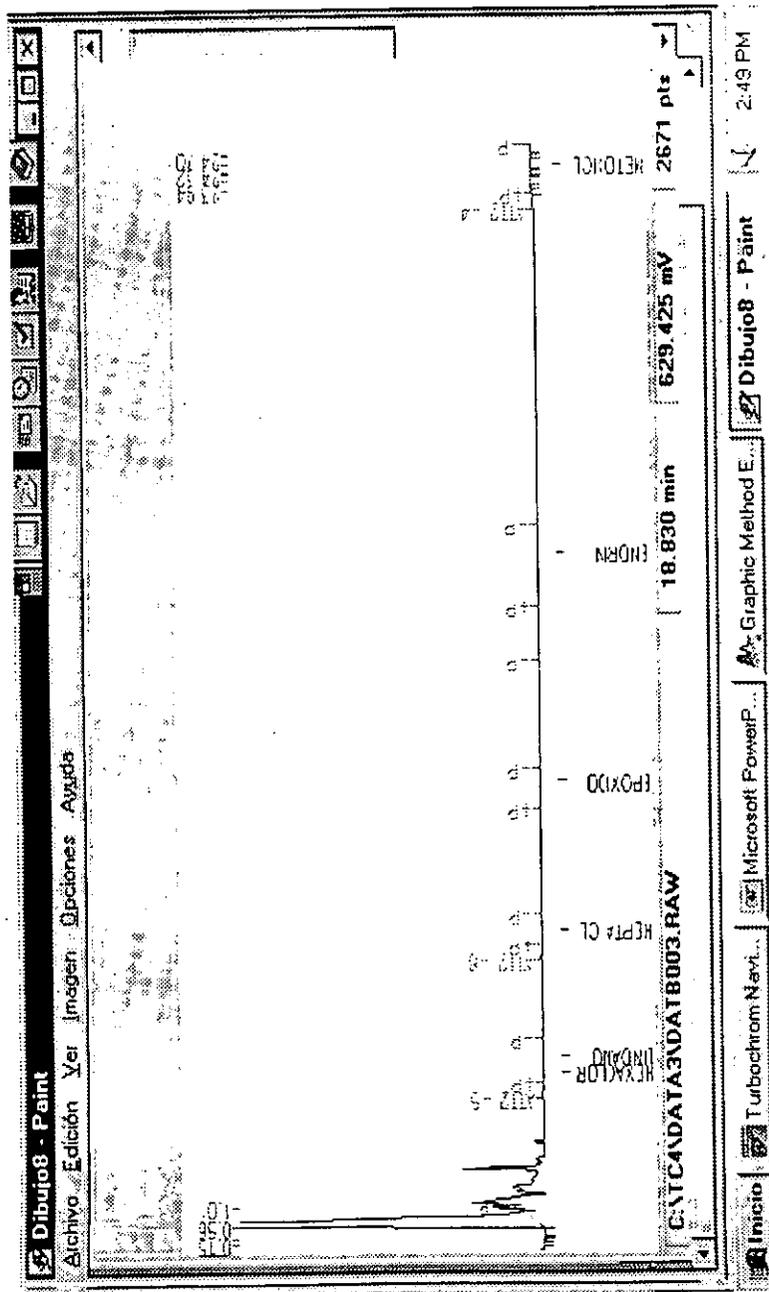
(Las figuras descritas anteriormente se presentan a continuación)

FIGURA No. 7



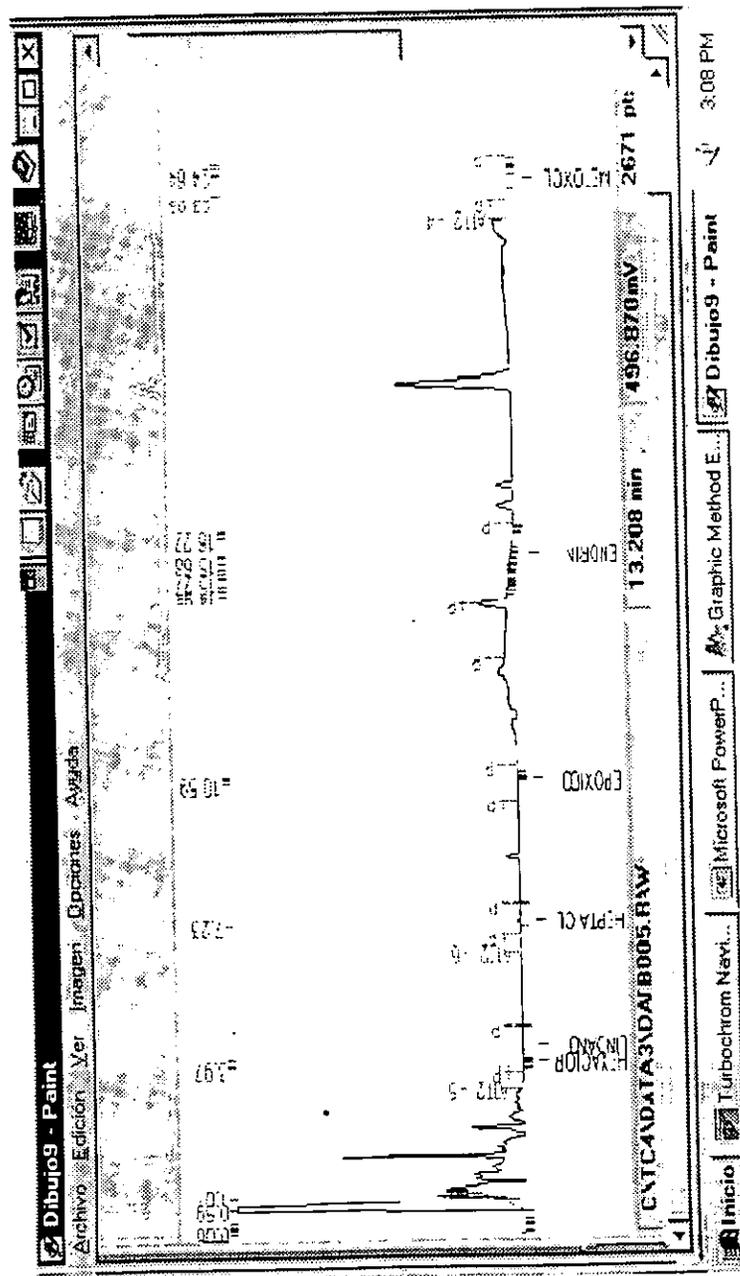
CROMATOGRAMA DE LA MUESTRA BCOM6831308BAS. PARA LA DETERMINACION DE COMPUESTOS DEL GRUPO DE PESTICIDAS ORGANOCLORADOS

FIGURA No. 8



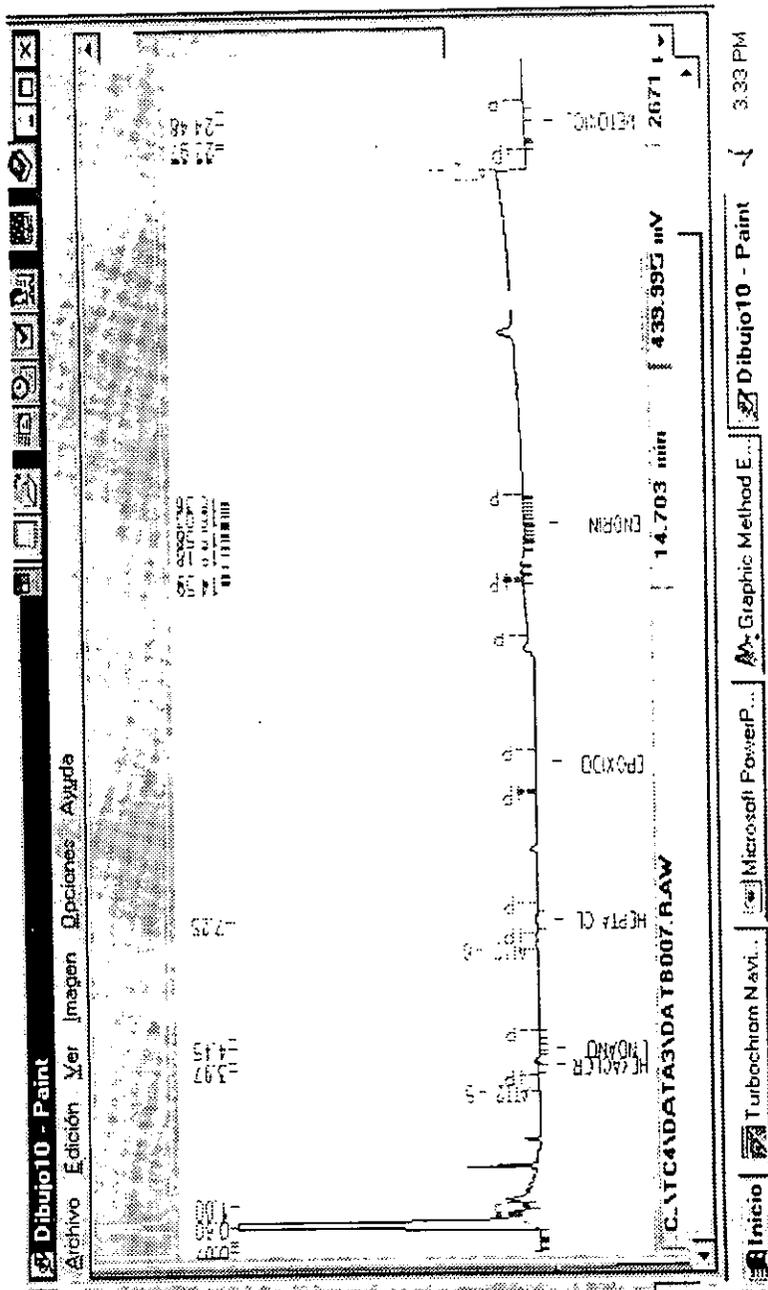
• CROMATOGRAMA DE LA MUESTRA M6831308, PARA LA DETERMINACION DE COMPUESTOS DEL GRUPO DE PESTICIDAS ORGANOCLORADOS

FIGURA No. 9



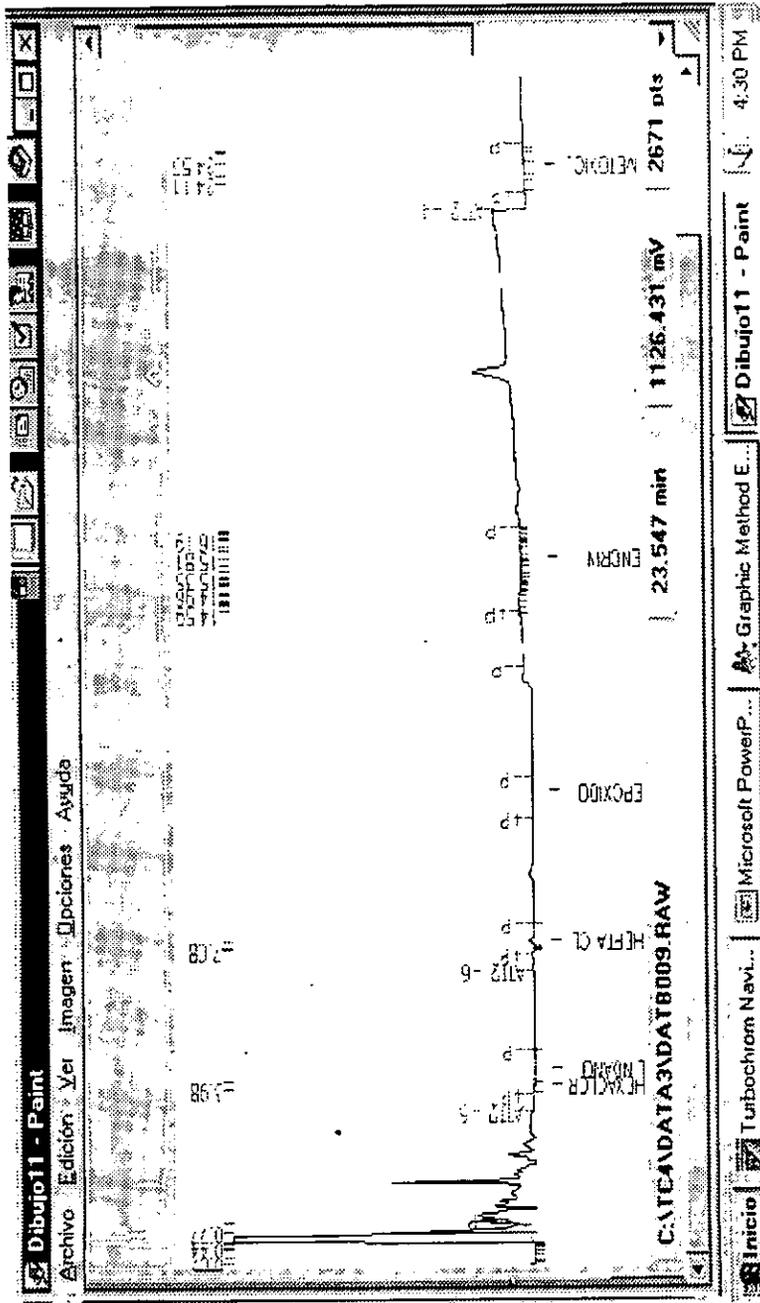
CROMATOGRAMA DE LA MUESTRA M6841308BAS, PARA LA DETERMINACION DE COMPUESTOS DEL GRUPO DE PESTICIDAS ORGANOCLORADOS

FIGURA No. 10



• CROMATOGRAMA DE LA MUESTRA M6851308BAS, PARA LA DETERMINACION DE COMPUESTOS DEL GRUPO DE PESTICIDAS ORGANOCLORADOS.

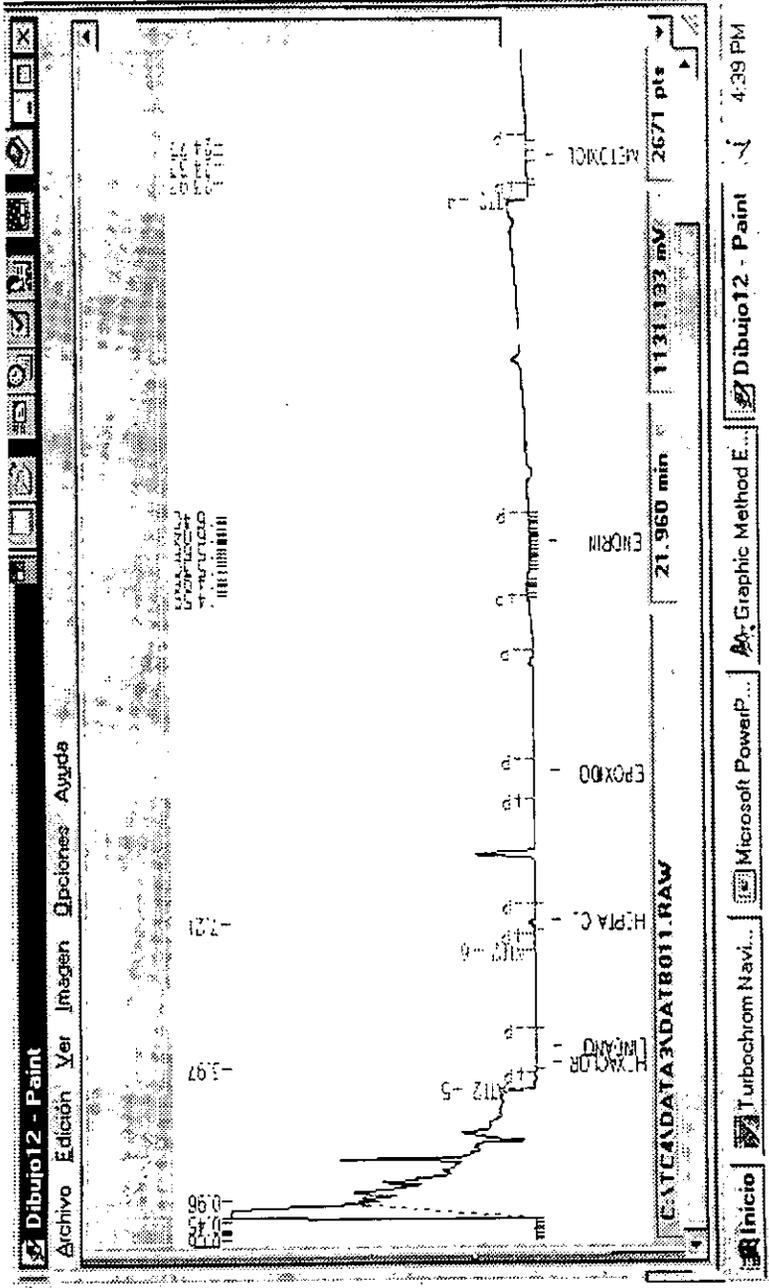
FIGURA No. 11



• CROMATOGRAMA DE LA MUESTRA 6861308BAS. PARA LA DETERMINACION DE COMPUESTOS DEL GRUPO DE PESTICIDAS ORGANOCLORIDOS.

ESTA TESIS NO DEBE SALIR DE LA BIBLIOTECA

FIGURA No. 12



CROMATOGRAMA DE LA MUESTRA M6871308BAS, PARA LA DETERMINACION DE COMPUESTOS DEL GRUPO DE PESTICIDAS ORGANOCLORADOS

5.1.6.6 Reportes de cuantificación para el grupo de pesticidas organoclorados, obtenidos mediante el software del sistema cromatográfico para las muestras: BCOM6831308BAS, M6831308BAS, M6841308BAS, M6851308BAS, M6861308BAS y M6871308BAS.

No. DE MUESTRA

No. DE TABLA

BCOM6831308BAS
M6831308BAS
M6841308BAS
M6851308BAS
M6861308BAS
M6871308BAS

TABLA No. 6.7
TABLA No. 6.8
TABLA No. 6.9
TABLA No. 6.10
TABLA No. 6.11
TABLA No. 6.12

(Las tablas descritas anteriormente se presentan a continuación)

Software Version: 4.1<2F12>

Sample Name : BCOM6831308BAS

Time : 20/08/97 01:15 PM

Sample Number:

Study : PESTICIDAS

Operator : MLPR

Instrument : AUTOSYS _ 1:A

Channel : B

A/D mV Range : 1000

AutoSampler : BUILT-IN

Rack/Vial : 0/2

Interface Serial # : NONE Data Acquisition Time: 16/08/97 07:46 PM

Delay Time : 0.00 min.

End Time : 28.49 min.

Sampling Rate : 1.5625 pts/sec

Raw Data File : C:\TC4\DATA3\DATB001B.RAW

Result File : C:\WINDOWS\TEMP\~RST182B.RST

Inst Method : C:\TC4\DATA\PESTIC1 from C:\WINDOWS\TEMP\~RST182B.RST

Proc Method : C:\TC4\DATA\PESTIC1.MTH

Calib Method : C:\TC4\DATA\PESTIC1.MTH

Sequence File : C:\TC4\DATA\PESMP.SEQ

Sample Volume : 1.0000 ul

Area Reject : 0.000000

Sample Amount : 1.0000

Dilution Factor : 1.00

REPORTE DE CUANTIFICACION DE PESTICIDAS ORGANOCORADOS
PARA LA MUESTRA BCOM6831308BAS.

PROCURADURIA FEDERAL DE PROTECCION AL AMBIENTE

TABLA No. 6.7

ANALISIS DE SEMIVOLATILES (PESTICIDAS)

PICO #	TIEMPO [min]	AREA [uV*sec]	CONCENTRACION (ppm)	NOMBRE DEL COMPONENTE
1	0.064	4731.20	0.0047	
2	0.181	12933.16	0.0130	
3	0.553	12419915.50	12.4199	
4	0.956	98630.89	0.0987	
5	0.998	47927.56	0.0479	
6	24.492	170532.65	-3.2177	METOXICLORO
12754733.96			9.3666	

Missing Component Report

Component Expected Retention (Calibration File)

HEXACLOROBENCENO

4.086

LINDANO	4.401
HEPTACLORO	7.267
EPOXIDO DE HEPTACLORO	10.579
ENDRIN	15.789

Software Version: 4.1<2F12>
Sample Name : M6831308BAS
Sample Number:
Operator : MLPR

Time : 20/08/97 01:19 PM
Study : PESTICIDAS

Instrument : AUTOSYS -_1:A Channel : B A/D mV Range : 1000
AutoSampler : BUILT-IN
Rack/Vial : 0/3

Interface Serial # : NONE Data Acquisition Time: 16/08/97 08:57 PM
Delay Time : 0.00 min.
End Time : 28.49 min.
Sampling Rate : 1.5625 pts/sec

Raw Data File : C:\TC4\DATA3\DATB003.RAW
Result File : C:\WINDOWS\TEMP\~RST0373.RST
Inst Method : C:\TC4\DATA\PESTIC1 from C:\WINDOWS\TEMP\~RST0373.RST
Proc Method : C:\TC4\DATA\PESTIC1.MTH
Calib Method : C:\TC4\DATA\PESTIC1.MTH
Sequence File : C:\TC4\DATA\PESMP.SEQ

Sample Volume : 1.0000 ul Area Reject : 0.000000
Sample Amount : 1.0000 Dilution Factor : 1.00

**REPORTE DE CUANTIFICACION DE PESTICIDAS ORGANOCORADOS
PARA LA MUESTRA M6831308BAS.**

PROCURADURIA FEDERAL DE PROTECCION AL AMBIENTE

TABLA No. 6.8

=====

ANALISIS DE SEMIVOLATILES (PESTICIDAS)

=====

PICO TIEMPO # [min]	AREA [uV*sec]	CONCENTRACION (ppm)	NOMBRE DEL COMPONENTE
1 0.145	4538.35	0.0045	
2 0.297	785.91	0.0008	
3 0.564	12806654.86	12.8067	
4 1.008	250918.01	0.2509	
5 23.936	1268.24	0.0013	
6 24.204	2207.28	0.0022	
7 24.323	1485.52	0.0015	
8 24.373	1551.93	0.0016	
9 24.567	10481.54	-3.8584	METOXICLORO
10 24.704	4455.61	0.0045	
11 24.769	498.68	0.0005	

13084845.93 9.2159

Missing Component Report

Component Expected Retention (Calibration File)

HEXACLOROBENCENO	4.086
LINDANO	4.401
HEPTACLORO	7.267
EPOXIDO DE HEPTACLORO	10.579
EMERIN	15.789

Software Version: 4.1<2Fi2>
Sample Name : M6841308BAS
Sample Number:
Operator : MLPR

Time : 20/08/97 01:21 PM
Study : PESTICIDAS

Instrument : AUTOSYS_-1:A
AutoSampler : BUILT-IN
Scan Val : 0/4

Channel : B A/D Method : 1001

Interface Serial # : NONE Data Acquisition Time: 16/08/97 10:08 PM
Delay Time : 0.00 min.
Run Time : 29.49 min.
Sampling Rate : 1.5625 pts/sec

Raw Data File : C:\TC4\DATA3\DATB005.RAW
Result File : C:\WINDOWS\TEMP\~RST3F38.RST
Inst Method : C:\TC4\DATA\PESTIC1 from C:\WINDOWS\TEMP\~RST3F38.RST
Proc Method : C:\TC4\DATA\PESTIC1.MTH
Calib Method : C:\TC4\DATA\PESTIC1.MTH
Sequence File : C:\TC4\DATA\PESMP.SEC

Sample Volume : 1.0000 ul Area Reject : 0.000000
Sample Amount : 1.0000 Dilution Factor : 1.00

REPORTE DE CUANTIFICACION DE PESTICIDAS ORGANOCORADOS
PARA LA MUESTRA M6841308BAS.

PROCURADURIA FEDERAL DE PROTECCION AL AMBIENTE

TABLA No. 6.9

ANALISIS DE SEMIVOLATILES (PESTICIDAS)

PICO TIEMPO = [min]	AREA [uV*sec]	CONCENTRACION (ppm)	NOMBRE DEL COMPONENTE
1	0.064	1974.46	0.0020
2	0.160	12385.64	0.0124
3	0.212	6215.33	0.0062
4	0.275	1996.58	0.0020
5	0.585	12666717.91	12.6667
6	1.006	432527.08	0.4325
7	3.971	7785.89	0.0078
8	4.023	5356.28	0.0054
9	4.142	6209.11	-0.0181
10	7.234	75756.94	-0.0010
11	10.591	580.04	0.0003
12	10.653	955.41	0.0010
13	10.736	2387.24	0.0024
14	14.940	6749.47	0.0067

HEXACLOROBENCENO
HEPTACLORO
EPOXIDO DE HEPTACLOR

NUM TIEMPO	AREA	CONCENTRACION	NOMBRE DEL COMPONENTE
# (min)	[uV*sec]		
15	15.048	4985.53	0.0050
16	15.140	3024.50	0.0030
17	15.273	11602.53	0.0116
18	15.353	1672.98	0.0017
19	15.415	2279.34	0.0023
20	15.542	2469.10	0.0025
21	15.675	2016.07	0.0020
22	15.798	2414.98	-0.0690 ENDRIN
23	15.846	7957.72	0.0080
24	16.222	846.50	0.0008
25	16.283	8556.48	0.0086
26	16.347	2255.16	0.0023
27	23.949	965.17	0.0010
28	24.168	6193.05	0.0062
29	24.637	516.22	-3.8983 METOXICLORO
30	24.756	326.61	0.0003
31	24.851	819.68	0.0008
1328658.02		9.2150	

Missing Component Report

Component Expected Retention (Calibration File)

LINDANO 4.401

Software Version: 4.1<2F12>

Sample Name : M6851308BAS

Time : 20/08/97 01:22 PM

Sample Number: 2

Study : PESTICIDAS

Operator : MLPR

Instrument : AUTOSYS_-1:A

Channel : B A/D mV Range : 1000

AutoSampler : BUILT-IN

Peak/Vial : 0/5

Interface Serial # : NONE Data Acquisition Time: 16/08/97 11:20 PM

Delay Time : 0.00 min.

End Time : 29.49 min.

Sampling Rate : 1.5625 pts/sec

Raw Data File : C:\TC4\DATA3\DATB007.RAW

Result File : C:\WINDOWS\TEMP\~RST1A4F.RST

Inst Method : C:\TC4\DATA\PESTIC1 from C:\WINDOWS\TEMP\~RST1A4F.RST

Proc Method : C:\TC4\DATA\PESTIC1.MTH

Calib Method : C:\TC4\DATA\PESTIC1.MTH

Sequence File : C:\TC4\DATA\PESMP.SEQ

Sample Volume : 1.0000 ul

Area Reject : 0.000000

Sample Amount : 1.0000

Dilution Factor : 1.00

REPORTE DE CUANTIFICACION DE PESTICIDAS ORGANOCORADOS
PARA LA MUESTRA M6851308BAS.

PROCURADURIA FEDERAL DE PROTECCION AL AMBIENTE

TABLA No. 6.10

ANALISIS DE SEMIVOLATILES (PESTICIDAS)

PICO TIEMPO = [min]	AREA [uV*sec]	CONCENTRACION (ppm)	NOMBRE DEL COMPONENTE
1	0.067	1761.54	0.0018
2	0.172	10090.64	0.0101
3	0.299	380.90	0.0004
4	0.596	10720215.04	10.7202
5	1.000	83905.44	0.0839
6	3.970	9113.54	0.0091
7	4.137	62522.72	-0.0124 HEXACLOROBENCENO
8	4.451	1671.59	-0.0072 LINDANO
9	4.685	1719.48	0.0017
10	7.246	47983.63	-0.0046 HEPTACLORO
11	14.588	11360.62	0.0114
12	14.656	8859.24	0.0089
13	14.720	9822.06	0.0098
14	14.900	25650.93	0.0257

TIME	TIEMPO # [min]	AREA [uV*sec]	CONCENTRACION	NOMBRE DEL COMPONENTE
13.178	13.178	1647.48	0.0016	
13.284	13.284	6221.56	0.0063	
15.349	15.349	1632.00	0.0016	
15.473	15.473	6054.66	0.0061	
15.575	15.575	3249.53	0.0032	
15.633	15.633	2072.08	0.0021	
15.730	15.730	4186.87	0.0042	
15.777	15.777	1727.82	-0.0691	ENDRIN
15.840	15.840	3709.82	0.0037	
15.883	15.883	891.14	0.0009	
16.032	16.032	4900.39	0.0049	
16.114	16.114	2090.92	0.0021	
16.199	16.199	1523.53	0.0015	
16.288	16.288	3060.09	0.0031	
16.358	16.358	3197.48	0.0032	
23.966	23.966	1270.28	0.0013	
24.031	24.031	157.49	0.0002	
24.480	24.480	10221.86	-3.8595	METOXICLORO
24.756	24.756	4287.15	0.0043	
		11057189.51	6.9803	

Missing Component Report

Component	Expected Retention (Calibration File)
EPOXIDO DE HEPTACLORO	10.579

Software Version: 4.1<2F12>

Sample Name : M6861308BAS

Time : 20/08/97 01:24 PM

Sample Number: 4

Study : PESTICIDAS

Operator : MLPR

Instrument : AUTOSYS_-1:A

Channel : B

A/D mV Range : 1000

AutoSampler : BUILT-IN

Rack/Vial : 0/6

Interface Serial # : NONE Data Acquisition Time: 17/08/97 12:31 AM

Delay Time : 0.00 min.

End Time : 28.49 min.

Sampling Rate : 1.5625 pts/sec

Raw Data File : C:\TC4\DATA3\DATB009.RAW

Result File : C:\WINDOWS\TEMP\~RST361A.RST

Inst Method : C:\TC4\DATA\PESTIC1 from C:\WINDOWS\TEMP\~RST361A.RST

Proc Method : C:\TC4\DATA\PESTIC1.MTH

Calib Method : C:\TC4\DATA\PESTIC1.MTH

Sequence File : C:\TC4\DATA\PESMP.SEQ

Sample Volume : 1.0000 ul

Area Reject : 0.000000

Sample Amount : 1.0000

Dilution Factor : 1.00

REPORTE DE CUANTIFICACION DE PESTICIDAS ORGANOCORADOS
PARA LA MUESTRA M6861308BAS
PROCURADURIA FEDERAL DE PROTECCION AL AMBIENTE

TABLA No. 6.11

ANALISIS DE SEMIVOLATILES (PESTICIDAS)

SIGLO TIEMPO	AREA	CONCENTRACION	NOMBRE DEL
# [min]	[uV*sec]	(ppm)	COMPONENTE
1	0.065	2224.12	0.0022
2	0.182	11740.60	0.0117
3	0.373	883.89	0.0009
4	0.436	840.34	0.0008
5	0.491	261.52	0.0003
6	0.574	11082550.37	11.0826
7	0.773	1443107.65	1.4431
8	1.012	274573.04	0.2746
9	3.981	23427.74	0.0234
10	4.140	9080.20	-0.0178 HEXACLOROBENCENO
11	7.084	1265.72	0.0013
12	7.127	2738.09	0.0027
13	7.248	77208.22	-0.0008 HEPTACLORO
14	14.594	14928.29	0.0149

PICO #	TIEMPO [min]	AREA [uV*sec]	CONCENTRACION	NOMBRE DEL COMPONENTE
-----------	-----------------	------------------	---------------	--------------------------

15	14.736	20647.60	0.0206	
16	14.798	6446.85	0.0064	
17	14.841	8340.01	0.0083	
18	14.964	4747.88	0.0047	
19	15.038	796.79	0.0008	
20	15.196	1338.80	0.0013	
21	15.255	2972.12	0.0030	
22	15.349	1994.24	0.0020	
23	15.391	2384.16	0.0024	
24	15.537	15206.40	0.0152	
25	15.647	470.54	0.0005	
26	15.813	7432.07	-0.0678	ENDRIN
27	15.971	14005.76	0.0140	
28	16.085	3266.09	0.0033	
29	16.187	774.47	0.0008	
30	16.268	4432.60	0.0044	
31	16.346	3726.31	0.0037	
32	16.386	3722.04	0.0037	
33	24.112	1515.53	0.0015	
34	24.278	1422.79	0.0014	
35	24.531	2629.83	-3.8899	METOXICLORO
36	24.767	5225.78	0.0052	
37	24.832	1333.82	0.0013	

13059662.27	8.9870
-------------	--------

Missing Component Report

Component	Expected Retention (Calibration File)
-----------	---------------------------------------

LINDANO	4.401
EPOXIDO DE HEPTACLORO	10.579

Software Version: 4.1<2F12>

Sample Name : M6871308BAS

Time : 20/08/97 01:26 PM

Sample Number: 6

Study : PESTICIDAS

Operator : MLPR

Instrument : AUTOSYS_1:A

Channel : B

A/D mV Range : 1001

AutoSampler : BUILT-IN

Rack/Vial : 0/7

Interface Serial # : NONE Data Acquisition Time: 17/08/97 01:42 AM

Delay Time : 0.00 min.

End Time : 28.49 min.

Sampling Rate : 1.5625 pts/sec

Raw Data File : C:\TC4\DATA3\DATB011.RAW

Result File : C:\WINDOWS\TEMP\~RST1640.RST

Inst Method : C:\TC4\DATA\PESTIC1 from C:\WINDOWS\TEMP\~RST1640.RST

Proc Method : C:\TC4\DATA\PESTIC1.MTH

Calib Method : C:\TC4\DATA\PESTIC1.MTH

Sequence File : C:\TC4\DATA\PESMP.SEQ

Sample Volume : 1.0000 ul

Area Reject : 0.000000

Sample Amount : 1.0000

Dilution Factor : 1.00

REPORTE DE CUANTIFICACION DE PESTICIDAS ORGANOCORADOS
PARA LA MUESTRA M6871308BAS.

PROCURADURIA FEDERAL DE PROTECCION AL AMBIENTE

TABLA No. 6.12

ANALISIS DE SEMIVOLATILES (PESTICIDAS)

PICO #	TIEMPO [min]	AREA [uV*sec]	CONCENTRACION (ppm)	NOMBRE DEL COMPONENTE
1	0.063	1887.76	0.0019	
2	0.189	11047.70	0.0110	
3	0.237	2895.67	0.0029	
4	0.290	1611.42	0.0016	
5	0.447	238.72	0.0002	
6	0.549	12847954.83	12.8480	
7	0.956	92603.26	0.0926	
8	3.967	7876.47	-0.0179	HEXACLOROBENCENO
9	7.207	119161.37	0.0045	HEPTACLORO
10	14.594	7097.99	0.0071	
11	14.697	10397.68	0.0104	
12	14.830	9070.69	0.0091	
13	14.865	12404.59	0.0124	
14	14.964	18037.84	0.0180	

PICO #	TIEMPO [min]	AREA [uV*sec]	CONCENTRACION	NOMBRE DEL COMPONENTE
15	15.181	2683.85	0.0027	
16	15.303	12821.65	0.0128	
17	15.383	3401.01	0.0034	
18	15.489	3774.26	0.0038	
19	15.579	3798.45	0.0038	
20	15.664	3096.33	0.0031	
21	15.773	5473.12	-0.0683	ENDRIN
22	15.851	6786.07	0.0068	
23	15.902	2840.51	0.0028	
24	15.966	1480.00	0.0015	
25	16.036	4987.33	0.0050	
26	16.128	3760.08	0.0038	
27	16.237	515.33	0.0005	
28	16.313	2989.93	0.0030	
29	16.398	1150.81	0.0012	
30	23.927	926.23	0.0009	
31	24.329	7575.30	0.0076	
32	24.568	6551.67	-3.8742	METOXICLORO
33	24.772	5360.50	0.0054	
		13222258.43	9.1274	

Missing Component Report

Component	Expected Retention (Calibration File)
LINDANO	4.401
EPOXIDO DE HEPTACLORO	10.579

5.1.6.7 Reporte general de laboratorio de cuantificación para compuestos de pesticidas organoclorados de las muestras: BCOM6831308BAS, M6831308BAS, M6841308BAS, M6851308BAS, M6861308BAS y M6871308BAS.

No. DE MUESTRA

No. DE TABLA

BCOM6831308BAS
M6831308BAS
M6841308BAS
M6851308BAS
M6861308BAS
M6871308BAS

TABLA No. 7
TABLA No. 8
TABLA No. 9
TABLA No. 10
TABLA No. 11
TABLA No. 12

(Las tablas descritas anteriormente se presentan a continuación)

TABLA No. 7

TIPO DE MUESTRA: H 0316831308145				
COMPUESTOS	VOLUMEN DE MUESTRA INICIAL	VOLUMEN DE MUESTRA CONCENTRADA	CONCENTRACION OBTENIDA EN LA CURVA	CONCENTRACION OBTENIDA EN LA CURVA
HEXACLORO BENCENO	1	0.01	0.00	0.00
LINDANO	1	0.01	0.00	0.00
HEPTACLORO	1	0.01	0.00	0.00
FOXIDO DE HEPTACLORO	1	0.01	0.00	0.00
ENDRIN	1	0.01	0.00	0.00
METOXICLORO	1	0.01	0.00	0.00

TABLA No. 8

TIPO DE MUESTRA: M6831308145							
COMPUESTOS	VOLUMEN DE MUESTRA INICIAL	VOLUMEN DE MUESTRA CONCENTRADA	FACTOR DE CONCENTRACION	CONCENTRACION OBTENIDA EN LA CURVA	CONCENTRACION CORREGIDA CON EL BLANCO	CONCENTRACION CORREGIDA POR EL FACTOR DE CONCENTRACION	OBSERVACIONES
HEXACLORO BENCENO	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	
LINDANO	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	
HEPTACLORO	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	
FOXIDO DE HEPTACLORO	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	
ENDRIN	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	
METOXICLORO	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	

TABLA No. 9

TIPO DE MUESTRA: M6841308145							
COMPUESTOS	VOLUMEN DE MUESTRA INICIAL	VOLUMEN DE MUESTRA CONCENTRADA	FACTOR DE CONCENTRACION	CONCENTRACION OBTENIDA EN LA CURVA	CONCENTRACION CORREGIDA CON EL BLANCO	CONCENTRACION CORREGIDA POR EL FACTOR DE CONCENTRACION	OBSERVACIONES
HEXACLORO BENCENO	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	
LINDANO	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	
HEPTACLORO	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	
FOXIDO DE HEPTACLORO	1	0.01	0.01	0.0001	0.0001	0.000015	
ENDRIN	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	
METOXICLORO	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	

5.1.6.7 REPORTE GENERAL DE CUANTIFICACION DEL LABORATORIO PARA LAS MUESTRAS EN EL ANALISIS DE PESTICIDAS ORGANOCLORADOS

TABLA No. 10

TIPO DE MUESTRA: MUESTRAS		MUESTRAS				OBSERVACIONES	
COMPUUESTOS	VOLUMEN DE MUESTRA INICIAL, l	VOLUMEN DE MUESTRA CONCENTRADA, l	FACTOR DE CONCENTRACION	CONCENTRACION OBTENIDA EN LA CURVA, ng/l	CONCENTRACION CORREGIDA CON EL BLANCO, ng/l	CONCENTRACION CORREGIDA POR EL FACTOR DE CONCENTRACION, ng/l	
HEXACLORO BENCENO	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	
LINDANO	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	
HEPTACLORO	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	
EPOXIDO DE HEPTACLORO	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	
ENDRIN	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	
METOXICLORO	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	

TABLA No. 11

TIPO DE MUESTRA: MUESTRAS		MUESTRAS				OBSERVACIONES	
COMPUUESTOS	VOLUMEN DE MUESTRA INICIAL, l	VOLUMEN DE MUESTRA CONCENTRADA, l	FACTOR DE CONCENTRACION	CONCENTRACION OBTENIDA EN LA CURVA, ng/l	CONCENTRACION CORREGIDA CON EL BLANCO, ng/l	CONCENTRACION CORREGIDA POR EL FACTOR DE CONCENTRACION, ng/l	
HEXACLORO BENCENO	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	
LINDANO	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	
HEPTACLORO	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	
EPOXIDO DE HEPTACLORO	1	0.01	0.01	0.07	0.00	0.00	
ENDRIN	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	
METOXICLORO	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	

TABLA No. 12

TIPO DE MUESTRA: MUESTRAS		MUESTRAS				OBSERVACIONES	
COMPUUESTOS	VOLUMEN DE MUESTRA INICIAL, l	VOLUMEN DE MUESTRA CONCENTRADA, l	FACTOR DE CONCENTRACION	CONCENTRACION OBTENIDA EN LA CURVA, ng/l	CONCENTRACION CORREGIDA CON EL BLANCO, ng/l	CONCENTRACION CORREGIDA POR EL FACTOR DE CONCENTRACION, ng/l	
HEXACLORO BENCENO	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	
LINDANO	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	
HEPTACLORO	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	
EPOXIDO DE HEPTACLORO	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	
ENDRIN	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	
METOXICLORO	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	

5.1.6.7 REPORTE GENERAL DE CUANTIFICACION DEL LABORATORIO PARA LAS MUESTRAS EN EL ANALISIS DE PESTICIDAS ORGANOCLORADOS

5.1.7 OBSERVACIONES:

5.1.7.1 PREPARACION DE MUESTRAS.

5.1.7.1.1 ESTADO INICIAL DE LAS MUESTRAS :

TABLA No. 13

No. DE MUESTRA	ESTADO INICIAL
BCOM6831308	LIQUIDA
M6831308	LIQUIDA
M6841308	LIQUIDA
M6851308	LIQUIDA
M6861308	LIQUIDA
M6871308	LIQUIDA

5.1.7.1.2 CANTIDAD DE MUESTRA OBTENIDA DESPUES DE LA EXTRACCION PECT.

TABLA No. 14

No. DE MUESTRA	CANTIDAD DE MUESTRA OBTENIDA
BCOM6831308	1 LITRO
M6831308	1 LITRO
M6841308	1 LITRO
M6851308	1 LITRO
M6861308	1 LITRO
M6871308	1 LITRO

5.1.7.1.3 PH DE LAS MUESTRAS ANTES DE LA EXTRACCION CON SOLVENTE:

TABLA No. 15

No. DE MUESTRA	PH INICIAL
BCOM6831308	5.4
M6831308	5.5
M6841308	5.4
M6851308	5.6
M6861308	5.3
M6871308	5.1

5.1.7.1.4 PH DE LAS MUESTRAS PARA LA EXTRACCION NEUTRO BASICA:

TABLA No. 16

No. DE MUESTRA	PH NEUTRO BASICO	COMPORTAMIENTO DE LA MUESTRA
BCOM6831308	11.5	Poca presencia de precipitado blanco
M6831308	11.7	Presencia de precipitado blanco
M6841308	11.6	Presencia de precipitado blanco
M6851308	11.5	Presencia de precipitado blanco.
M6861308	11.3	Presencia de precipitado blanco
M6871308	11.4	Presencia de precipitado blanco.

5.1.7.15.- PRIMERA EXTRACCION CON SOLVENTE ORGANICO (CLORURO DE METILENO).

TABLA No. 17

No. DE MUESTRA	SEPARACION DE FASES DE LA 1RA. EXTRACCION	COMPORTAMIENTO	PROBLEMAS DE SEPARACION DEL EXTRACTO ORGANICO
BCOM6831308	Es clara la separación.	Reacción moderada y regular desprendimiento de gases.	NINGUNO
M6831308	Es clara la separación.	Reacción violenta y gran desprendimiento de gases.	NINGUNO
M6841308	Es clara la separación.	Reacción violenta y gran desprendimiento de gases.	NINGUNO
M6851308	Es clara la separación.	Reacción violenta y gran desprendimiento de gases.	NINGUNO
M6861308	Es clara la separación.	Reacción violenta y gran desprendimiento de gases.	NINGUNO
M6871308	Es clara la separación.	Reacción violenta y gran desprendimiento de gases.	NINGUNO

5.1.7.1.6.- SEGUNDA EXTRACCION CON SOLVENTE ORGANICO (CLORURO DE METILENO)

TABLA No. 18

No. DE MUESTRA	SEPARACION DE FASES DE LA 2DA. EXTRACCION	COMPORTAMIENTO	PROBLEMAS DE SEPARACION DEL EXTRACTO ORGANICO
BCOM6831308	Es clara la separación.	Reacción moderada y poco desprendimiento de gases.	NINGUNO
M6831308	Es clara la separación.	Reacción moderada y poco desprendimiento de gases.	NINGUNO
M6841308	Es clara la separación.	Reacción moderada y poco desprendimiento de gases.	NINGUNO
M6851308	Es clara la separación.	Reacción moderada y poco desprendimiento de gases.	NINGUNO
M6861308	Es clara la separación.	Reacción moderada y poco desprendimiento de gases.	NINGUNO
M6871308	Es clara la separación.	Reacción moderada y poco desprendimiento de gases.	NINGUNO

5.1.7.1.7.- TERCERA EXTRACCION CON SOLVENTE ORGANICO (CLORURO DE METILENO).

TABLA No. 19

No. DE MUESTRA	SEPARACION DE FASES DE LA 3RA. EXTRACCION	COMPORTAMIENTO	PROBLEMAS DE SEPARACION DEL EXTRACTO ORGANICO
BCOM6831308	Es clara la separación.	Reacción moderada y poco desprendimiento de gases.	NINGUNO
M6831308	Es clara la separación.	Reacción moderada y poco desprendimiento de gases.	NINGUNO
M6841308	Es clara la separación.	Reacción moderada y poco desprendimiento de gases.	NINGUNO
M6851308	Es clara la separación.	Reacción moderada y poco desprendimiento de gases.	NINGUNO
M6861308	Es clara la separación.	Reacción moderada y poco desprendimiento de gases.	NINGUNO
M6871308	Es clara la separación.	Reacción moderada y poco desprendimiento de gases.	NINGUNO

5.1.7.1.8.- LIMPIEZA DE LOS EXTRACTOS EN COLUMNA DE FLORISIL:

TABLA No. 20

No. DE EXTRACTO	COMPORTAMIENTO	RESULTADO
BCOM6831308BAS	Atraviesa la columna sin problemas.	Extracto transparente sin color
M6831308BAS	Atraviesa la columna sin problemas.	Extracto transparente sin color.
M6841308BAS	Atraviesa la columna sin problemas.	Extracto transparente sin color.
M6851308BAS	Atraviesa la columna sin problemas.	Extracto transparente sin color.
M6861308BAS	Atraviesa la columna sin problemas.	Extracto transparente sin color.
M6871308BAS	Atraviesa la columna sin problemas.	Extracto transparente sin color.

5.1.7.1.9.- CONCENTRACION:

Todos los extractos se concentraron a 1 ml aproximadamente y se aforaron a 10 ml con metanol. Se almacenaron a 4°C, para su posterior análisis.

5.1.7.2 ANALISIS DE MUESTRA.

5.1.7.2.1 TIEMPO DE RETENCION DE COMPUESTOS INDIVIDUALES ESTABLECIDOS EN EL METODO:

TABLA No. 21

COMPUESTOS	TIEMPO DE RETENCION
HEXACLOROBENCENO	4.086
LINDANO	4.401
HEPTACLORO	7.267
EPOXIDO DE HEPTACLORO	10.579
ENDRIN	15.789
METOXICLORO	24.515

TABLA No. 22

5.1.7.2.2 CONSTRUCCION DE CURVAS DE CALIBRACION

COMPUESTOS	COEFICIENTE DE CORRELACION LINEAL EN ECUACION DE 1:1:1 GRADO
HEXACLOROBENCENO	0.970271
LINDANO	0.982927
HEPTACLORO	0.902872
EPOXIDO DE HEPTACLORO	0.994402
ENDRIN	0.976271
METOXICLORO	0.955669

5.1.8 ANALISIS DE RESULTADOS.

5.1.8.1 ANALISIS CUALITATIVO.

TABLA No. 23

No. DE MUESTRA	ANALISIS CUALITATIVO
BCOM6831308BAS	En el cromatograma correspondiente se observa muy clara la separación de algunos picos que no se localizan en los tiempos de retención especificados para los compuestos especificados para el grupo de pesticidas organoclorados, por lo que puede asegurarse que no existe la presencia de ninguno de los compuestos de interés, excepto el compuesto llamado metoxicloro que señala un pico no bien resuelto, que podría indicar la existencia de una cantidad no considerable.
M6831308BAS	De igual forma que en blanco el cromatograma de esta muestra se presenta de una forma muy clara y resuelta, indicando que no existe la presencia de ninguno de los compuestos establecidos en el grupo de pesticidas organoclorados.
M6841308BAS	El cromatograma perteneciente a esta muestra presenta picos bien resueltos en la zona de análisis para el grupo de interés y demuestra que el único compuesto que podría existir en una cantidad no considerable es el heptacloro.
M6851308BAS	El análisis del cromatograma de esta muestra explica la presencia no considerable de los compuestos de hexaclorobenceno y heptacloro.
M6861308BAS	El análisis del cromatograma de esta muestra explica la presencia no considerable de los compuestos de hexaclorobenceno y heptacloro.
M6871308BAS	El análisis del cromatograma de esta muestra explica la presencia no considerable del compuesto de heptacloro.

5.1.8.2 ANALISIS CUANTITATIVO.

TABLA No. 24

No. DE MUESTRA	ANALISIS CUANTITATIVO
BCOM6831308BAS	Analizando los resultados generados de la tabla No. 6.7, se observa que no existe la presencia de ningún compuesto contemplado en este grupo..
M6831308BAS	Analizando los resultados generados de la tabla No. 6.8, se observa que no existe la presencia de ningún compuesto contemplado en este grupo..
M6841308BAS	Analizando los resultados generados de la tabla No. 6.9, se observa que no existe la presencia de ningún compuesto contemplado en este grupo..
M6851308BAS	Analizando los resultados generados de la tabla No. 6.10, se observa que no existe la presencia de ningún compuesto contemplado en este grupo..
M6861308BAS	Analizando los resultados generados de la tabla No. 6.11, se observa que no existe la presencia de ningún compuesto contemplado en este grupo..
M6871308BAS	Analizando los resultados generados de la tabla No. 6.12, se observa que no existe la presencia de ningún compuesto contemplado en este grupo..

5.1.9 PROCEDIMIENTO PARA DETERMINACION DE FENOLES.

5.1.9.1 Las muestras se sometieron al procedimiento de extracción de constituyentes tóxicos (extracción PECT) que establece la NOM-053-ECOL/93, que se presenta en el punto 3.1.

5.1.9.2 A los extractos PECT se les aplicó el método de extracción del numeral 3.1.1 de extracción líquido-líquido en embudo de separación, puesto que las muestras se presentaron en fase acuosa.

5.1.9.3. Se aplicó el método de limpieza del numeral 3.4 en columna de florisil para eliminar la humedad y las interferencias presentes en las muestras.

5.1.9.4 Para concentrar el extracto orgánico se utilizó el procedimiento de concentración con un equipo de rotavapor que se muestra en el numeral 3.5.2.

5.1.9.5 Se utilizó el método de análisis del grupo de fenoles descrito en el punto 4.1, inyectando 1 µl de cada muestra.

5.1.10 RESULTADOS.

Los resultados obtenidos del procedimiento de análisis del método de fenoles (numeral 4.1) se presentan a continuación.

5.1.10.1 CONDICIONES DE OPERACION DEL METODO PARA EL GRUPO DE FENOLES POR CROMATOGRAFIA DE GASES CON DETECTOR DE IONIZACION DE FLAMA

Method Editor - C:\TC\AVEN1.MTH

CONDICIONES DE CONTROL Y ADQUISICION DEL INSTRUMENTO

Instrument Name : AUTOSYS_1:A
Experiment Time : 11.50 min
Delay Time : 0.00 min
Run Time : 11.50 min

CONDICIONES DE OPERACION DEL INYECTOR

Inj A °C

Temp. Inj A

Inj A 5 PSI

CONDICIONES DE OPERACION DEL DETECTOR

Detector A FID

Det A °C

Inlet A 5 PSI

CONDICIONES DE OPERACION DEL AUTOMUESTREADOR

Injection : AUTO
Injection Volume : 1.0 µL
Sampling Rate : 1.56250 pts/s
Channel : A

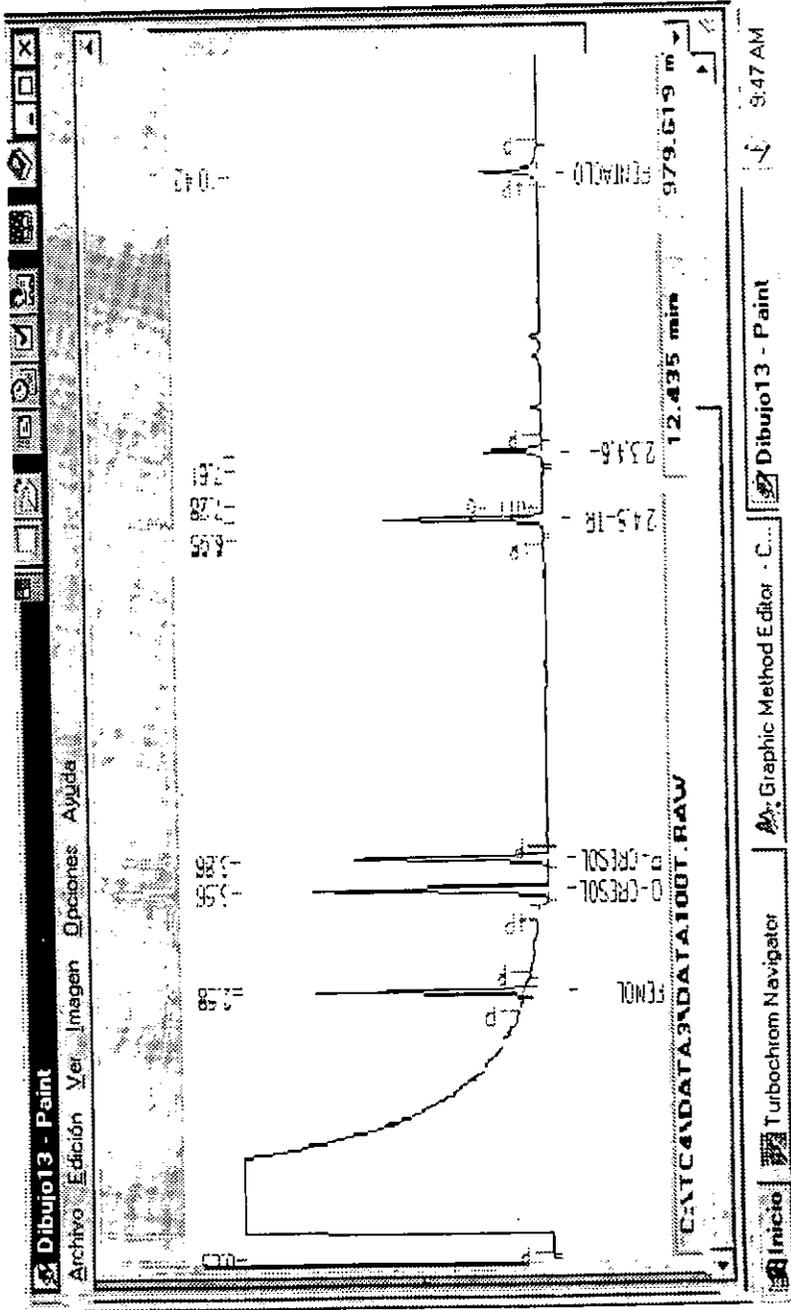
CONDICIONES DE OPERACION DEL HORNO

Oven Temperature Program
Initial Temperature : 50 deg for 2.00 min
Ramp 1 : 12.0 deg/min to 100 deg, hold for 0.00 min
Ramp 2 : 15.0 deg/min to 180 deg, hold for 0.00 min

CONDICIONES DE OPERACION DE LA COLUMNA CROMATOGRAFICA Y GAS ACARREADOR

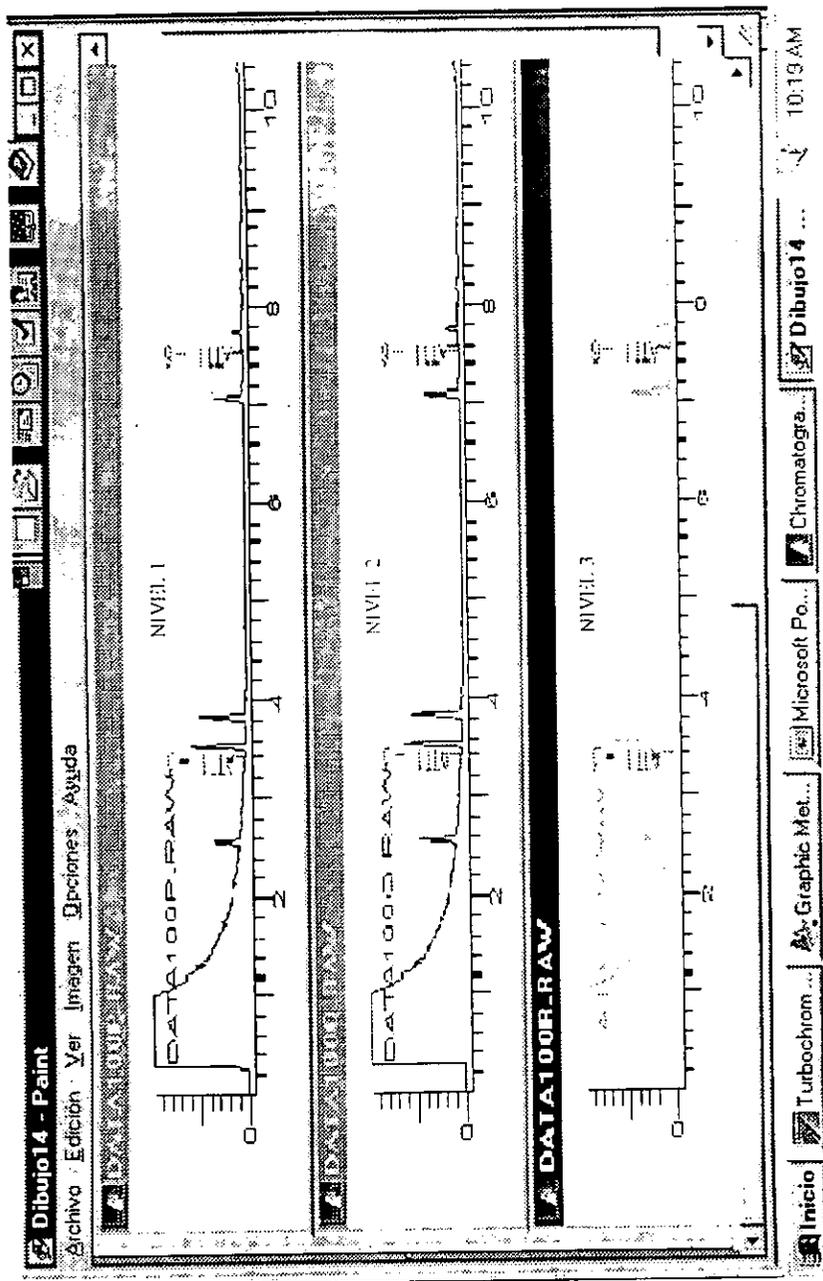
Capillary GC	-
Instrument	: AUTOSYSTEM XL
Column	: PE-1
Column Length	: 15 m, 0.53 mm ID, 0.5 µm
Carrier Gas	: HELIO
Flow Rate	: 12 ml/min (5 PSI)

FIGURA No. 13



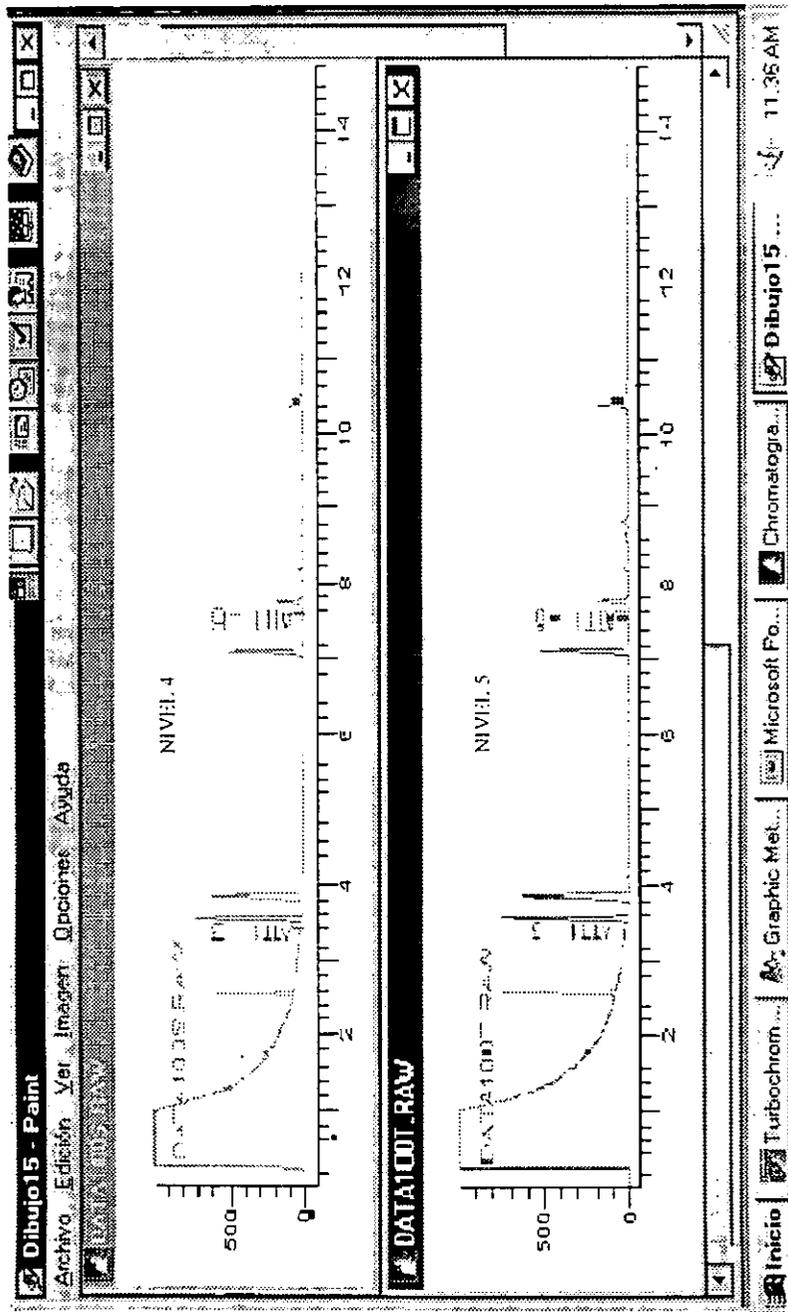
5.1.10.2 • CROMATOGRAMA TÍPICO DE LOS COMPUESTOS ESTABLECIDOS EN EL MÉTODO DEL GRUPO DE FENOLES.

FIGURA No. 14



5.1.10.3 • CROMATOGRAMAS CORRESPONDIENTES A LOS DIFERENTES NIVELES DE CONCENTRACION DE LOS ESTANDARES DE REFERENCIA DEL GRUPO DE FENOLES, UTILIZADOS EN LA CURVA DE CALIBRACION.

FIGURA No. 15



5.1.10.3 • CROMATOGRAMAS CORRESPONDIENTES A LOS DIFERENTES NIVELES DE CONCENTRACION DE LOS ESTANDARES DE REFERENCIA DEL GRUPO DE FENOLES, UTILIZADOS EN LA CURVA DE CALIBRACION.

5.1.10.4 Tabla de tiempos de retención para los compuestos establecidos en el grupo de fenoles.

TABLA No. 24.1a
(Se muestra en la página siguiente)

5.1.10.4.1 Tablas de los niveles de concentración y respuesta de área para cada uno de los compuestos que integran el grupo de fenoles para la elaboración de las curvas de calibración.

COMPUESTO	No. DE TABLA
FENOL	TABLA No. 24.1b
O-CRESOL	TABLA No. 24.2
P-CRESOL	TABLA No. 24.3
2,4,5-TRICLOROFENOL	TABLA No. 24.4
2,3,4,6-TETRACLOROFENOL	TABLA No. 24.5
PENTAFLOROFENOL	TABLA No. 24.6

(Se presentan en las siguientes páginas)

5.1.10.4.2 Curva de calibración de cada compuesto perteneciente al grupo de fenoles, elaboradas con las tablas de los niveles de concentración, descritas anteriormente (TABLAS No. 24.1b, 24.2, 24.3, 24.4, 24.5 y 24.6).

COMPUESTO	CURVA DE CALIBRACION
FENOL	FIGURA No. 15.1
O-CRESOL	FIGURA No. 15.2
P-CRESOL	FIGURA No. 15.3
2,4,5-TRICLOROFENOL	FIGURA No. 15.4
2,3,4,6-TETRAFLOROFENOL	FIGURA No. 15.5
PENTAFLOROFENOL	FIGURA No. 15.6

(Se presentan en las siguientes páginas)

TABLA No. 24.1a

**TIEMPOS DE RETENCION DE LOS
COMPUESTOS DEL GRUPO DE FENOLES.**

#	Time	Component Name
1	2.576	FENOL
2	3.561	O-CRESOL
3	3.854	P-CRESOL
4	7.099	2,4,5-TRICLOROFENOL
5	7.751	2,3,4,6-TETRACLOROFENOL
6	10.410	PENTAFLOROFENOL

TABLA No. 24.1b

Component: FENOL
 Type: Single Peak Component
 Retention: 2.576min
 Width: 0.00; 3.00;

**NIVELES DE CONCENTRACION EN PPM PARA ELABORAR
LA CURVA DE CALIBRACION DEL FENOL.**

Reference
 FST: Comp

Response: Peak Area
 Curve: 1st Order
 Scaling: 10 Weighting: 1.0

Calibration Levels

Level	Amount	Area	Height
1	10.0000	596694.13	277155.85
2	13.0000	862544.41	403100.25
3	15.0000	914381.53	426134.50
4	20.0000	1245629.65	580114.24
5	25.0000	1511804.59	685793.67

FIGURA No. 15.1

#	Time	Component Name
1	2.576	FENOL
2	3.561	O-CRESOL
3	3.854	P-CRESOL
4	7.099	2,4,5-TRICLOROFENOL
5	7.751	2,3,4,6-TETRACLOROFENOL
6	10.410	PENTAFLOROFENOL

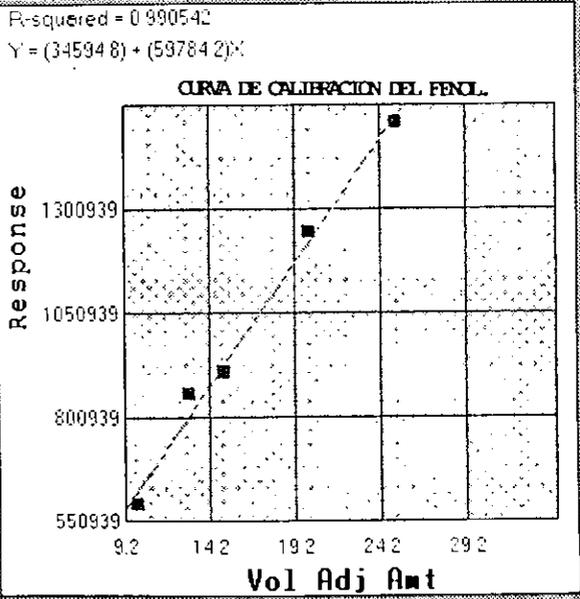


TABLA No. 24.1a
TIEMPOS DE RETENCION DE LOS COM-
PUESTOS DEL GRUPO DE FENOLES.

#	Time	Component Name
1	2.576	FENOL
2	3.961	O-CRESOL
3	3.854	P-CRESOL
4	7.099	2,4,5-TRICLOROFENOL
5	7.751	2,3,4,6-TETRACLOROFENOL
6	10.410	PENTAFLOROFENOL

TABLA No. 24.2

Component : O-CRESOL
 Type : Single Peak Component
 Retention : 3.561min
 Window : 0.00s 3.00%

NIVELES DE CONCENTRACION EN PPM PARA ELABORAR LA CURVA DE CALIBRACION DEL O-CRESOL.

Reference
 ISTD Comp.

Response : Peak Area
 Curve : 1st Order
 Scaling : 1.0 Weighting : 1.0

Calibration Levels	Amount	Area	Height
1	150.0000	1429957.29	575239.63
2	175.0000	1541747.98	621048.33
3	200.0000	1704710.54	695051.91
4	225.0000	1891970.09	755395.86
5	250.0000	1973834.10	755672.19

FIGURA No. 15.2

#	Time	Component Name
1	2.576	FENOL
2	3.961	O-CRESOL
3	3.854	P-CRESOL
4	7.099	2,4,5-TRICLOROFENOL
5	7.751	2,3,4,6-TETRACLOROFENOL
6	10.410	PENTAFLOROFENOL

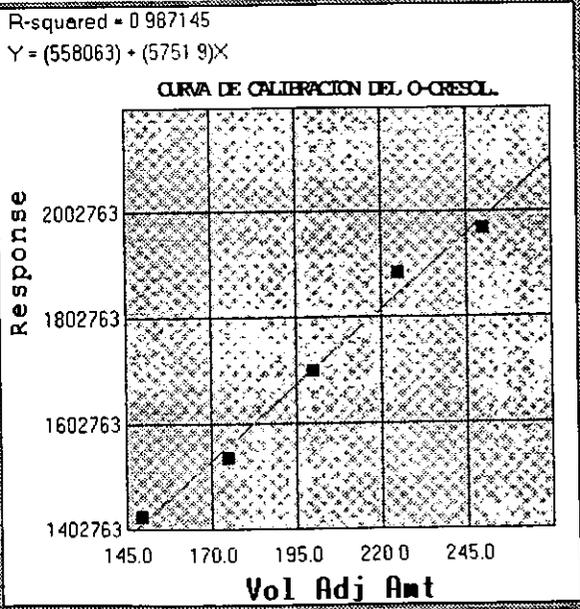


TABLA No. 24.1a

TIEMPOS DE RETENCION DE LOS COM-
PUESTOS DEL GRUPO DE FENOLES.

#	Time	Component Name
1	2.576	FENOL
2	3.561	O-CRESOL
3	3.854	P-CRESOL
4	7.099	2,4,5-TRICLOROFENOL
5	7.751	2,3,4,6-TETRACLOROFENOL
6	10.410	PENTAFLOROFENOL

TABLA No. 24.3

Component: P-CRESOL
 Type: Single Peak Component
 Retention: 3.854min
 Window: 0.00; 3.00;

NIVELES DE CONCENTRACION EN PPM PARA ELABORAR LA CURVA DE CALIBRACION DEL P-CRESOL.

Reference
 IS-10 Comp

Response: Peak Area
 Curve: 1st Order
 Scaling: 1.0 Weighting: 1.0

Calibration Levels Level	Amount	Area	Height
1	150.0000	1290172.00	485765.15
2	175.0000	1384004.01	535712.43
3	200.0000	1547033.95	590238.80
4	225.0000	1672011.11	618210.10
5	250.0000	1822891.10	627534.99

FIGURA No. 15.3

#	Time	Component Name
1	2.576	FENOL
2	3.561	O-CRESOL
3	3.854	P-CRESOL
4	7.099	2,4,5-TRICLOROFENOL
5	7.751	2,3,4,6-TETRACLOROFENOL
6	10.410	PENTAFLOROFENOL

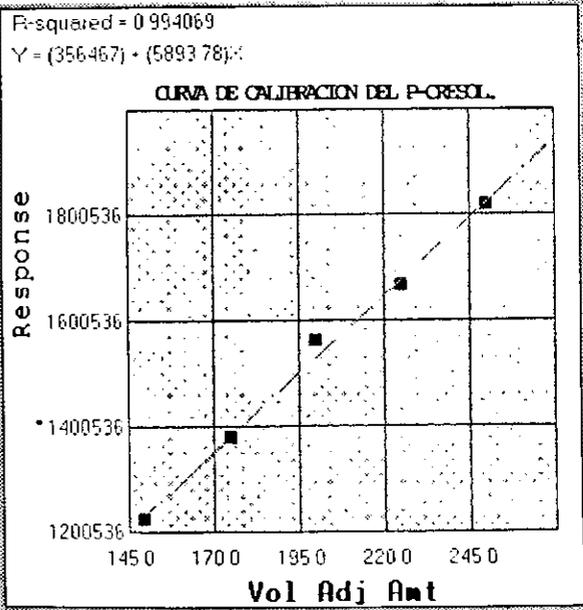


TABLA No. 24.1a

TIEMPOS DE RETENCION DE LOS COMPUESTOS DEL GRUPO DE FENOLES.

#	Time	Component Name
1	2.576	FENOL
2	3.561	O-CRESOL
3	3.854	P-CRESOL
4	7.099	2,4,5-TRICLOROFENOL
5	7.751	2,3,4,6-TETRACLOROFENOL
6	10.410	PENTAFLOROFENOL

TABLA No. 24.4

Component	2,4,5-TRICLOROFENOL		
Type	Single Peak Component		
Retention	7.099min		
Window	0.00s	3.00%	
NIVELES DE CONCENTRACION EN PPM PARA ELABORAR LA CURVA DE CALIBRACION DEL 2,4,5-TRICLOROFENOL.			
Reference			
ISTD Comp			
Response	Peak Area		
Curve	1st Order		
Scaling	1.0	Weighting 1.0	
Calibration Levels			
Level	Amount	Area	Height
1	300.0000	740627.24	289012.74
2	350.0000	976821.08	371365.93
3	400.0000	1106924.69	426475.62
4	450.0000	1324339.82	499266.76
5	500.0000	1346739.63	530296.29

FIGURA No. 15.4

#	Time	Component Name
1	2.576	FENOL
2	3.561	O-CRESOL
3	3.854	P-CRESOL
4	7.099	2,4,5-TRICLOROFENOL
5	7.751	2,3,4,6-TETRACLOROFENOL
6	10.410	PENTAFLOROFENOL

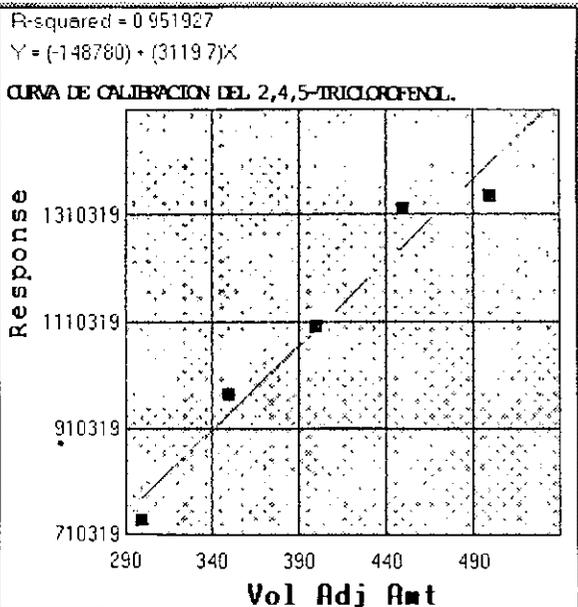


TABLA No. 24.1a
TIEMPOS DE RETENCION DE LOS COM-
PUESTOS DEL GRUPO DE FENOLES.

#	Time	Component Name
1	2.576	FENOL
2	3.561	O-CRESOL
3	3.854	P-CRESOL
4	7.099	2,4,5-TRICLOROFENOL
5	7.751	2,3,4,6-TETRACLOROFENOL
6	10.410	PENTA CLOROFENOL

TABLA No. 24.5

Component : 2,3,4,6-TETRACLOROFENOL			
Type : Single Peak Component			
Retention : 7.751min			
Window : 0.00s 3.00%			
NIVELES DE CONCENTRACION EN PPM PARA ELABORAR LA CURVA DE CALIBRACION DEL 2,3,4,6-TETRA-CLOROFENOL.			
Reference			
ISTD Comp			
Response: Peak Area			
Curve: 1st Order			
Scaling : 1.0, Weighting: 1.0			
Calibration Levels			
Level	Amount	Area	Height
1	1.0000	266978.22	98843.23
2	1.5000	353898.00	133893.23
3	3.0000	400086.25	158376.40
4	5.0000	480889.47	188788.77
5	8.0000	485214.45	186257.91

FIGURA No. 15.5

#	Time	Component Name
1	2.576	FENOL
2	3.561	O-CRESOL
3	3.854	P-CRESOL
4	7.099	2,4,5-TRICLOROFENOL
5	7.751	2,3,4,6-TETRACLOROFENOL
6	10.410	PENTA CLOROFENOL

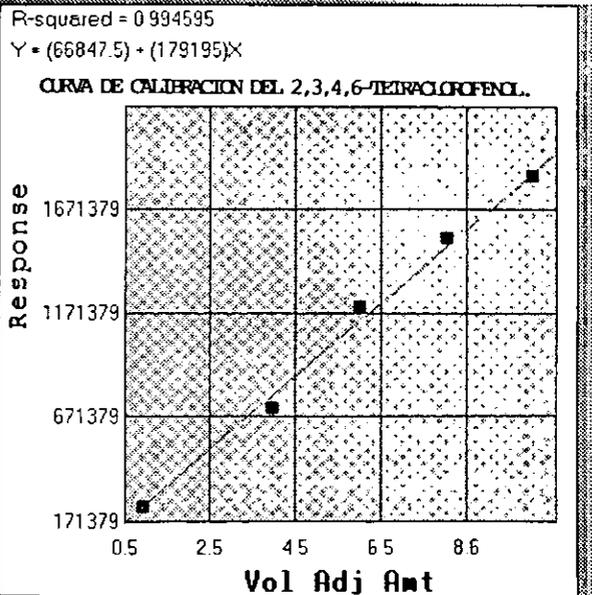


TABLA No. 24.1a
**TIEMPOS DE RETENCION DE LOS COM-
 PUESTOS DEL GRUPO DE FENOLES.**

#	Time	Component Name
1	2.576	FENOL
2	3.561	O-CRESOL
3	3.854	P-CRESOL
4	7.099	2,4,5-TRICLOROFENOL
5	7.751	2,3,4,6-TETRACLOROFENOL
6	10.410	PENTAFLOROFENOL

TABLA No. 24.6

Component: PENTAFLOROFENOL			
Type: Single Peak Component			
Retention: 10.410min			
Window: 0.00s 3.00s			
NIVELES DE CONCENTRACION EN PPM PARA ELABORAR LA CURVA DE CALIBRACION DEL PENTAFLOROFENOL.			
Reference			
ISTD Comp			
Response: Peak Area			
Curve: 1st Order			
Scaling: 1.0 Weighting: 1.0			
Calibration Levels			
Level	Amount	Area	Height
1	50.0000	92809.58	26040.59
2	75.0000	113622.99	33823.14
3	100.0000	156379.53	38229.55
4	150.0000	382233.25	100548.67
5	200.0000	610304.23	184420.85

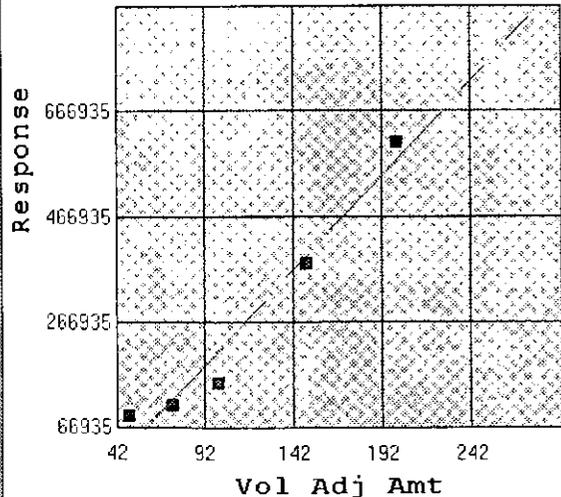
FIGURA No. 15.6

#	Time	Component Name
1	2.576	FENOL
2	3.561	O-CRESOL
3	3.854	P-CRESOL
4	7.099	2,4,5-TRICLOROFENOL
5	7.751	2,3,4,6-TETRACLOROFENOL
6	10.410	PENTAFLOROFENOL

R-squared = 0.957929

$$Y = (-143967) + (3609.02)X$$

CURVA DE CALIBRACION DEL PENTAFLOROFENOL.

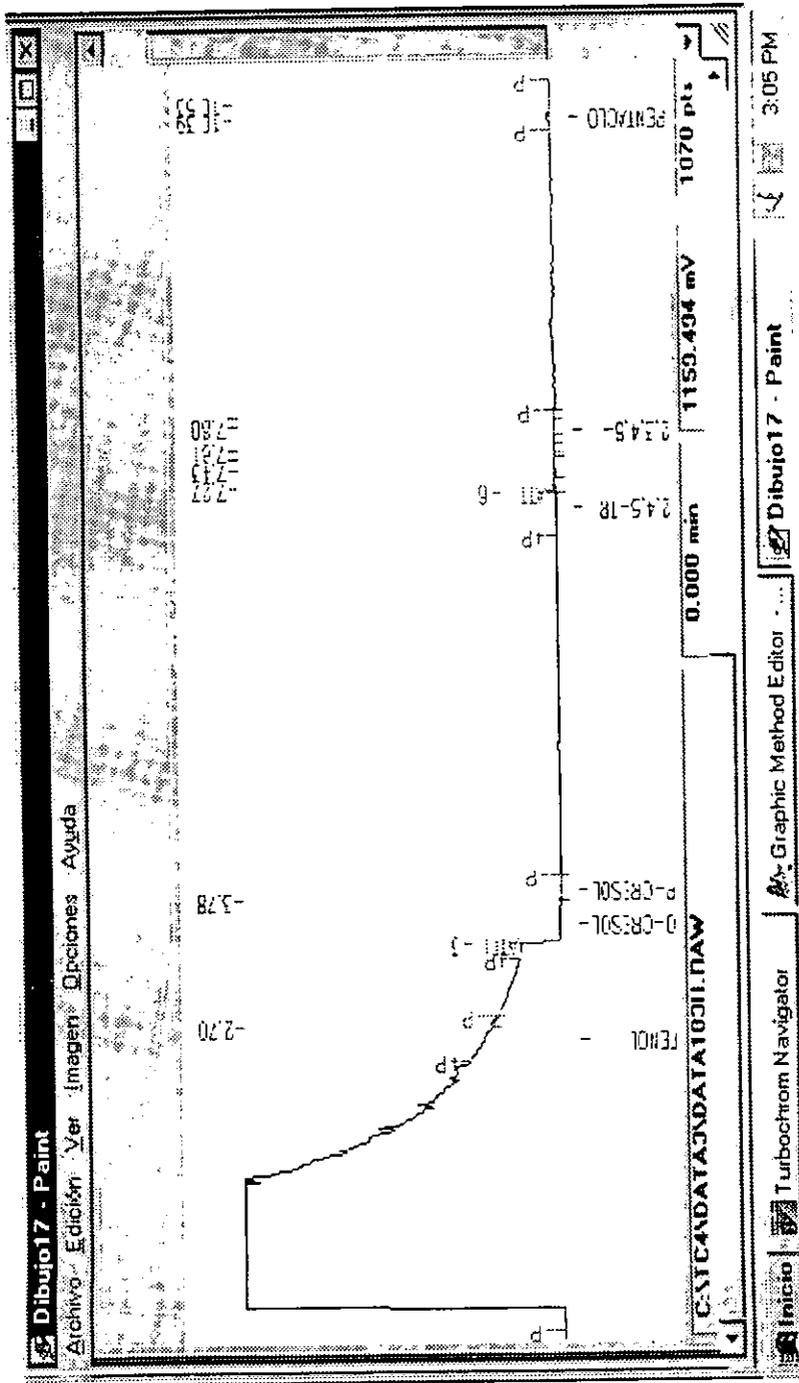


5.1.10.5 Cromatogramas del análisis de fenoles para las muestras: BCOM683AC, M683AC, M684AC, M685AC, M686AC y M687AC.

No. DE MUESTRA	CROMATOGRAMA
BCOM683AC	FIGURA No. 16
M683AC	FIGURA No. 17
M684AC	FIGURA No. 18
M685AC	FIGURA No. 19
M686AC	FIGURA No. 20
M687AC	FIGURA No. 21

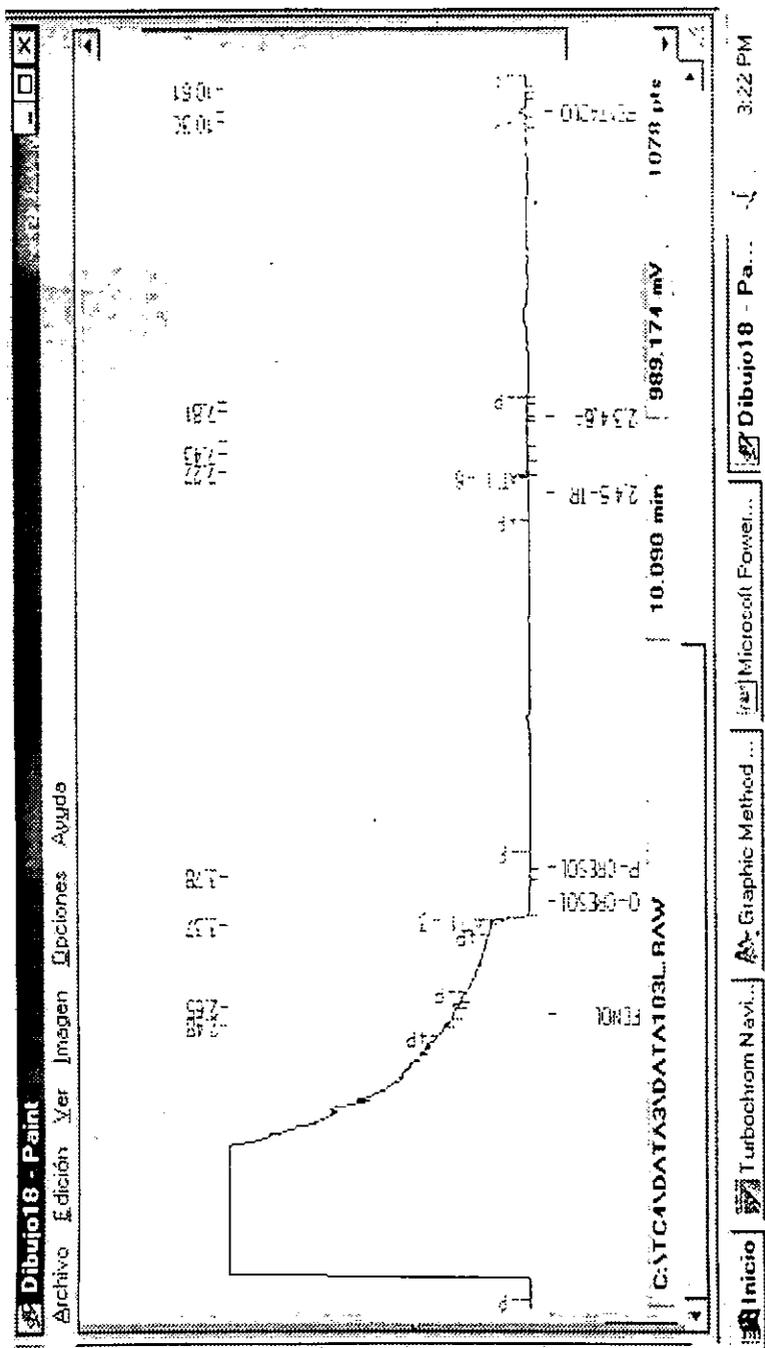
(Las figuras descritas anteriormente se presentan a continuación)

FIGURA No. 17



CROMATOGRAMA DE LA MUESTRA M683AC, PARA LA DETERMINACION DE COMPUESTOS DEL GRUPO DE FENOLES.

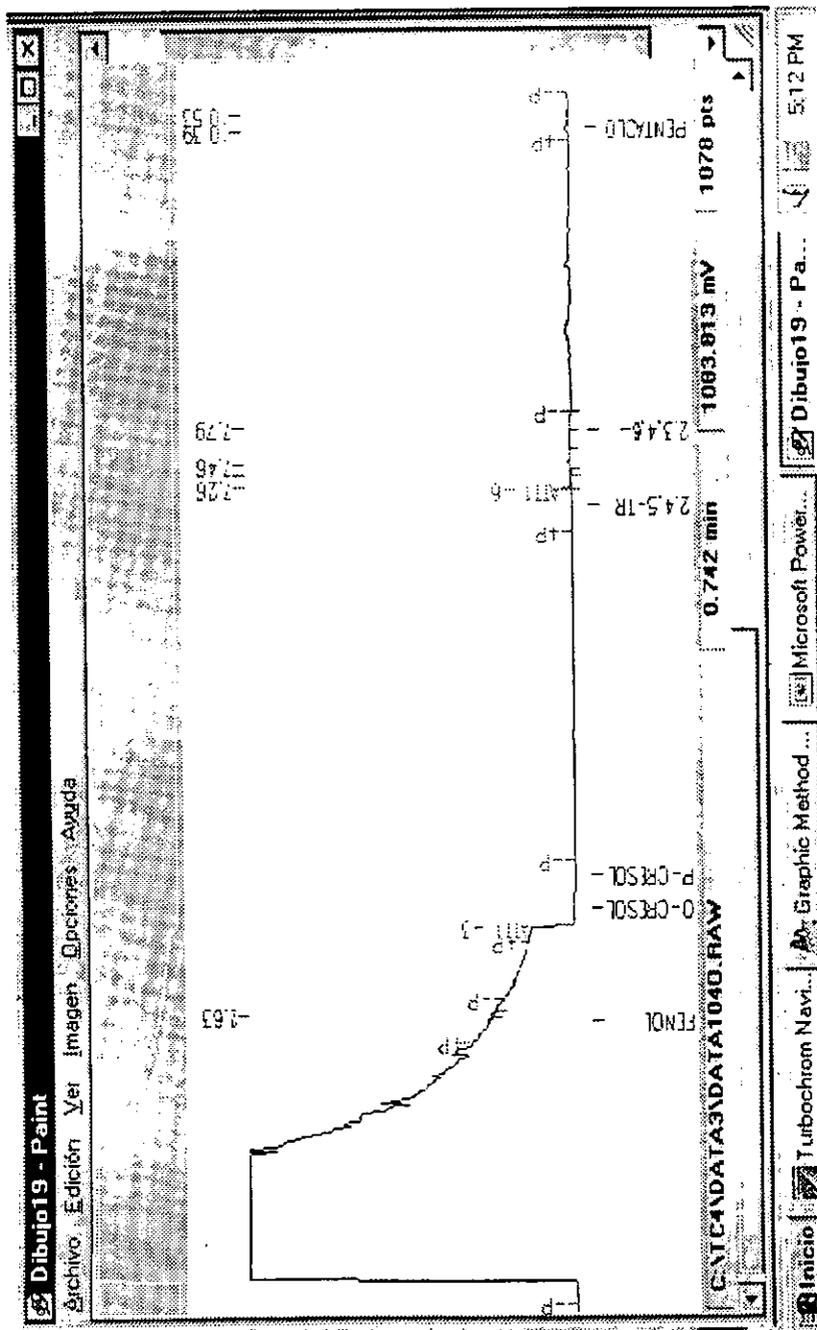
FIGURA No. 18



• CROMATOGRAMA DE LA MUESTRA M684AC, PARA LA DETERMINACION DE COMPUESTOS DEL GRUPO DE FENOLICIS

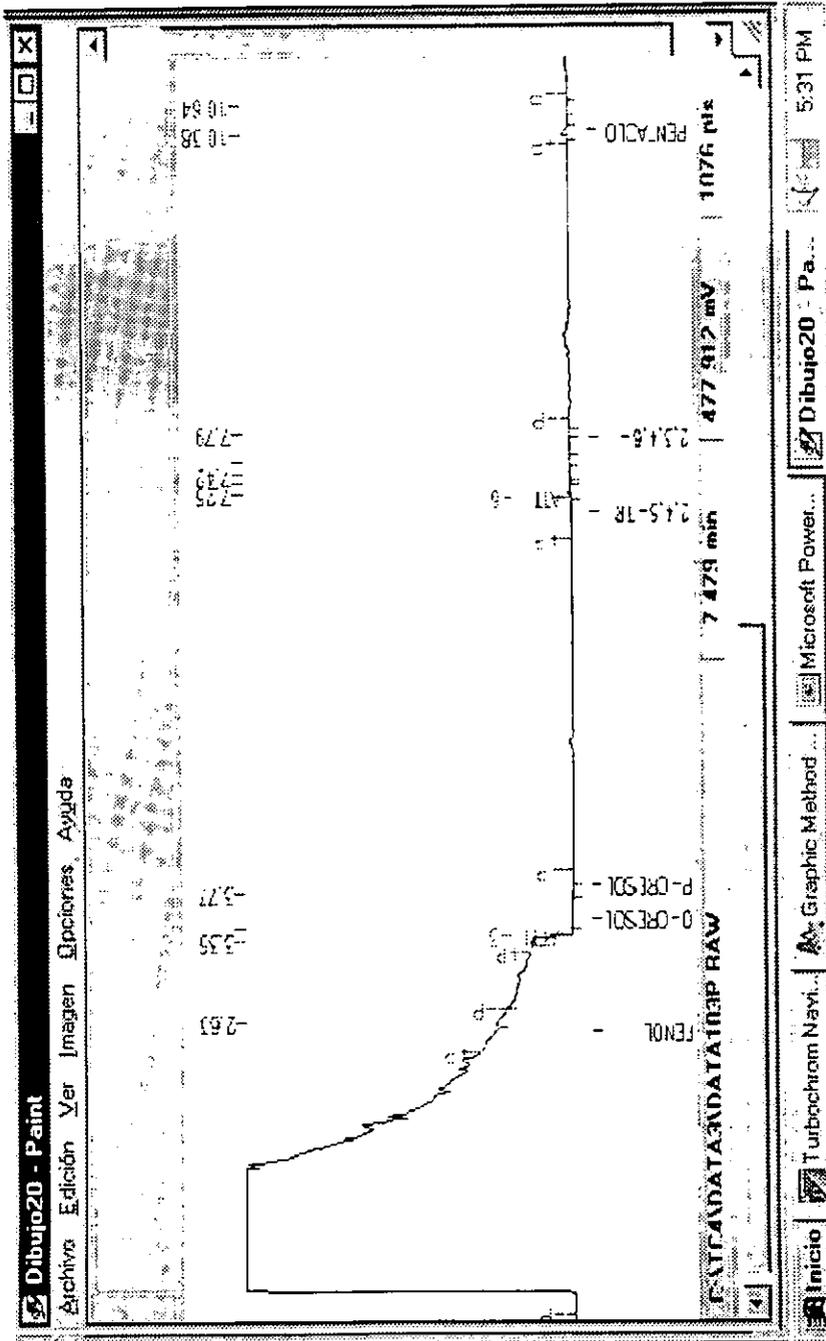
- 35.- U.S. Food and Drug Association, Pesticides Analytical Manual (volumen 1), julio de 1985.
- 36.- U.S. EPA 40 CFR Part 136, "Guidelines Establishing Test Procedures for the Analysis of Pollutants Under the Clean Water Act; Final Rule and Interim Final Rule and Proposed Rule", octubre 26, 1984.
- 37.- Chau; a.s.y."Analysis of Chlorinated Hydrocarbon Pesticides in water and wastewaters", water quality Division. Ottawa, Canada. 1972.
- 38.- the Index Merck and Encyclopedia of Chemicals, Drugs and Biologicals; Merck & Co., Inc.; Rahway, N. J. USA; Eleventh Edition, 1989.
- 39.- Material Safety Data Sheets (MSDS); Sigma Chemical Co., Fluka Chemie AG., Aldrich Chemical Co., Inc.; 1997
- 40.- Canadian Centre for Occupational Health and Safety (CCINFO DISC); Mars 1997.

FIGURA No. 19



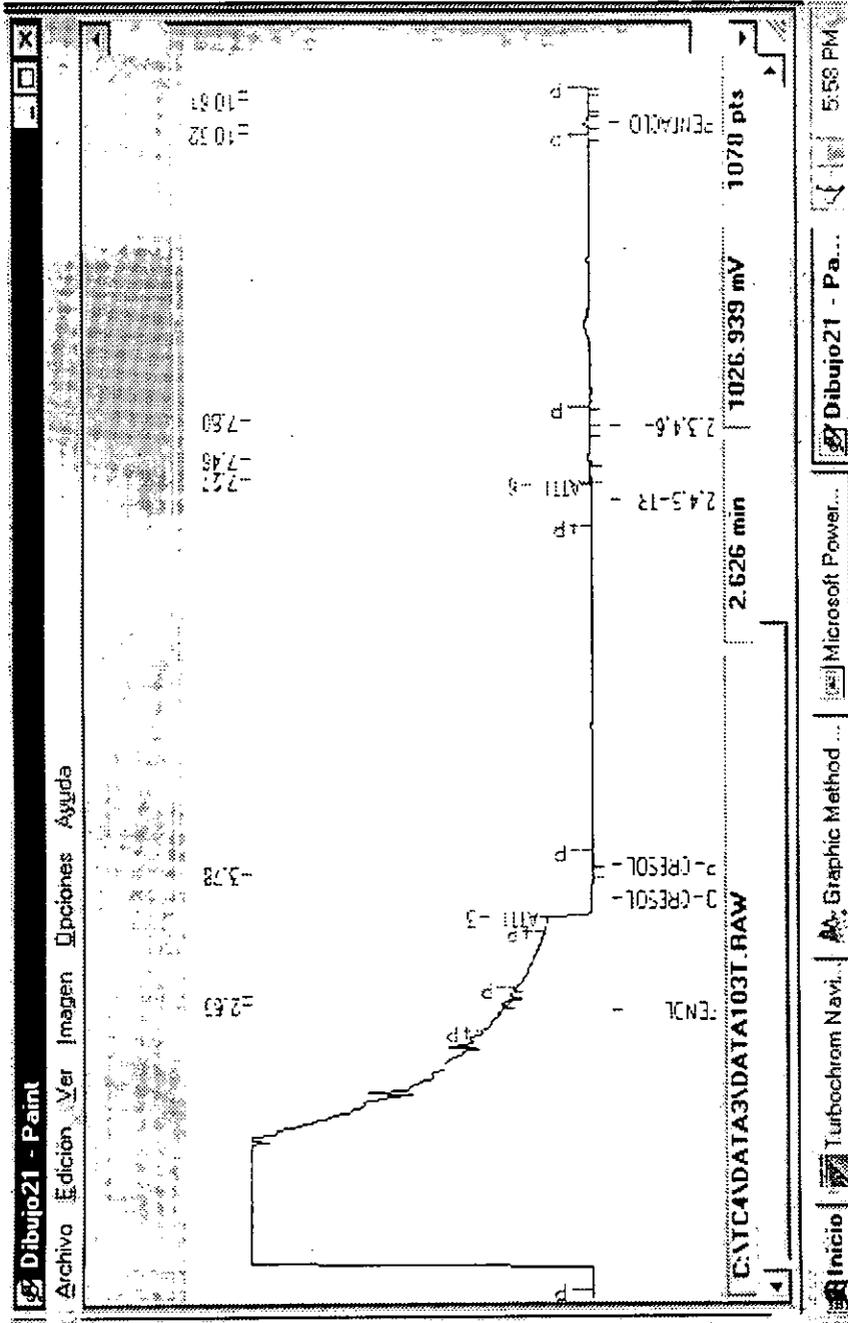
• CROMATOGRAMA DE LA MUESTRA M685AC, PARA LA DETERMINACION DE COMPUESTOS DEL GRUPO DE FENOLES.

FIGURA No. 20



• CROMATOGRAMA DE LA MUESTRA M686AC, PARA LA DETERMINACION DE COMPUESTOS DEL GRUPO DE FENOL.

FIGURA No. 21



- CROMATOGRAMA DE LA MUESTRA M687AC, PARA LA DETERMINACION DE COMPUESTOS DEL GRUPO DE FENOLICOS.

5.1.10.6 Reportes de cuantificación para el grupo de fenoles, obtenidos mediante el software del sistema cromatográfico para las muestras: BCOM683AC, M683AC, M684AC, M685AC, M686AC y M687AC.

No. DE MUESTRA

No. DE TABLA

BCOM683AC
M683AC
M684AC
M685AC
M686AC
M687AC

TABLA No. 24.7
TABLA No. 24.8
TABLA No. 24.9
TABLA No. 24.10
TABLA No. 24.11
TABLA No. 24.12

(Las tablas descritas anteriormente se presentan a continuación)

5.1.10.6 Reportes de cuantificación para el grupo de fenoles, obtenidos mediante el software del sistema cromatográfico para las muestras: BCOM683AC, M683AC, M684AC, M685AC, M686AC y M687AC.

No. DE MUESTRA	No. DE TABLA
BCOM683AC	TABLA No. 24.7
M683AC	TABLA No. 24.8
M684AC	TABLA No. 24.9
M685AC	TABLA No. 24.10
M686AC	TABLA No. 24.11
M687AC	TABLA No. 24.12

(Las tablas descritas anteriormente se presentan a continuación)

Software Version: 4.1<2F12>

Sample Name : BCOM683AC

Time : 19/11/97 11:26 AM

Sample Number: 1

Study : fenoles

Operator : MLPR

Instrument : AUTOSYS -_1:A

Channel : A A/D mV Range : 1000

AutoSampler : BUILT-IN

Rack/Vial : 0/2

Interface Serial # : NONE Data Acquisition Time: 7/08/97 09:49 PM

Delay Time : 0.00 min.

End Time : 11.49 min.

Sampling Rate : 1.5625 pts/sec

Raw Data File : C:\TC4\DATA3\DATA103D.RAW

Result File : C:\WINDOWS\TEMP\~RST2550.RST

Inst Method : C:\TC4\FEN1 from C:\WINDOWS\TEMP\~RST2550.RST

Proc Method : C:\TC4\FEN1.MTH

Calib Method : C:\TC4\FEN1.MTH

Sequence File : C:\TC4\DATA\FENMH.SEQ

Sample Volume : 1.0000 ul

Area Reject : 0.000000

Sample Amount : 1.0000

Dilution Factor : 1.00

REPORTE DE CUANTIFICACION DE COMPUESTOS DEL GRUPO DE FENOLES
PARA LA MUESTRA BCOM683AC.

PROCURADURIA FEDERAL DE PROTECCIÓN AL AMBIENTE

TABLA No. 24.7

ANÁLISIS DE SEMIVOLÁTILES (FENOLES)

PICO TIEMPO # [min]	ÁREA [$\mu\text{V}\cdot\text{s}$]	NOMBRE DEL COMPUESTO	CONCENTRACIÓN (ppm)
0 2.576	0.00	FENOL	0.0000
1 2.688	16583.77		0.0166
0 3.561	0.00	O-CRESOL	0.0000
0 3.854	0.00	P-CRESOL	0.0000
2 7.261	31963.32	2,4,5-TRICLOROFENOL	57.9361
3 7.429	30267.77		0.0303
4 7.604	4099.97		0.0041
5 7.796	4558.68	2,3,4,6-TETRACLOROFE	-10.1243
6 7.870	825.75		0.0008
7 10.396	96695.41	PENTAFLOROFENOL	66.6837
8 10.590	761.32		0.0008

185755.98

114.5480

Missing Component Report

Component	Expected Retention (Calibration File)
-----------	---------------------------------------

FENOL	2.576
O-CRESOL	3.561
P-CRESOL	3.854

Software Version: 4.1<2F12>

Sample Name : M683AC

Time : 19/11/97 11:30 AM

Sample Number: 1

Study : fenoles

Operator : MLPR

Instrument : AUTOSYS_-1:A

Channel : A A/D mV Range : 1000

AutoSampler : BUILT-IN

Rack/Vial : 0/4

Interface Serial # : NONE Data Acquisition Time: 7/08/97 11:22 PM

Delay Time : 0.00 min.

End Time : 11.50 min.

Sampling Rate : 1.5625 pts/sec

Raw Data File : C:\TC4\DATA3\DATA103H.RAW

Result File : C:\WINDOWS\TEMP\~RST2550.RST

Inst Method : C:\TC4\FEN1 from C:\WINDOWS\TEMP\~RST2550.RST

Proc Method : C:\TC4\FEN1.MTH

Calib Method : C:\TC4\FEN1.MTH

Sequence File : C:\TC4\DATA\FENMH.SEQ

Sample Volume : 1.0000 ul

Area Reject : 0.000000

Sample Amount : 1.0000

Dilution Factor : 1.00

REPORTE DE CUANTIFICACION DE COMPUESTOS DEL GRUPO DE FENOLES
PARA LA MUESTRA m683AC.

PROCURADURIA FEDERAL DE PROTECCIÓN AL AMBIENTE

TABLA No. 24.8

ANÁLISIS DE SEMIVOLÁTILES (FENOLES)

PICO #	TIEMPO [min]	ÁREA [µV·s]	NOMBRE DEL COMPUESTO	CONCENTRACIÓN (ppm)
0	2.576	0.00	FENOL	0.0000
1	2.704	26998.43		0.0270
0	3.561	0.00	O-CRESOL	0.0000
2	3.776	123.85	P-CRESOL	-60.4609
3	7.265	34559.12	2,4,5-TRICLOROFENOL	58.7681
4	7.431	33204.01		0.0332
5	7.537	3941.03		0.0039
6	7.606	1251.80		0.0013
7	7.797	2578.92	2,3,4,6-TETRACLOROFE	-10.1939
8	7.879	1480.36		0.0015
9	10.393	42908.73	PENTACLOROFENOL	51.7803
10	10.526	817.98		0.0008

147864.23

39.9612

Result File : ~RST2550.RST, Printed On 19/11/97 11:30 AM

page 2

Missing Component Report

Component Expected Retention (Calibration File)

FENOL	2.576
O-CRESOL	3.561

Software Version: 4.1<2F12>

Sample Name : M684AC

Time : 19/11/97 12:18 PM

Sample Number: 1

Study : fenoles

Operator : MLPR

Instrument : AUTOSYS - 1:A

Channel : A A/D mV Range : 1000

Autosampler : BUILT-IN

Rack/Vial : 0/6

Interface Serial # : NONE Data Acquisition Time: 8/08/97 12:55 AM

Delay Time : 0.00 min.

End Time : 11.50 min.

Sampling Rate : 1.5625 pts/sec

Raw Data File : C:\TC4\DATA3\DATA103L.RAW

Result File : C:\WINDOWS\TEMP\~RST2550.RST

Inst Method : C:\TC4\FEN1 from C:\WINDOWS\TEMP\~RST2550.RST

Proc Method : C:\TC4\FEN1.MTH

Calib Method : C:\TC4\FEN1.MTH

Sequence File : C:\TC4\DATA\FENMH.SEQ

Sample Volume : 1.0000 ul

Area Reject : 0.000000

Sample Amount : 1.0000

Dilution Factor : 1.00

REPORTE DE CUANTIFICACION DE COMPUESTOS DEL GRUPO DE FENOLES
PARA LA MUESTRA M684AC.

PROCURADURIA FEDERAL DE PROTECCIÓN AL AMBIENTE

TABLA No. 24.9

ANÁLISIS DE SEMIVOLÁTILES (FENOLES)

PICCO #	TIEMPO [min]	ÁREA [$\mu\text{V}\cdot\text{s}$]	NOMBRE DEL COMPUESTO	CONCENTRACIÓN (ppm)
1	2.481	19587.05		0.0196
0	2.576	0.00	FENOL	0.0000
2	2.653	24418.50		0.0244
3	3.368	129878.25		0.1299
0	3.561	0.00	O-CRESOL	0.0000
4	3.780	2904.22	P-CRESOL	-59.9892
5	7.269	37478.62	2,4,5-TRICLOROFENOL	59.7040
6	7.434	30985.33		0.0310
7	7.547	19351.68		0.0194
8	7.806	2503.36	2,3,4,6-TETRACLOROFE	-10.1966
9	7.885	1397.46		0.0014
10	10.302	7061.00		0.0071
11	10.392	70174.86	PENTAFLOROFENOL	59.3353
12	10.606	299.53		0.0003

TIEMPO = [min]	ÁREA [$\mu\text{V}\cdot\text{s}$]	NOMBRE DEL COMPUESTO	CONCENTRACIÓN (ppm)
	346039.87		49.0864

Missing Component Report

Component	Expected Retention (Calibration File)
FENOL	2.576
1-CRESOL	3.561

Software Version: 4.1<2F12>

Sample Name : M685AC

Sample Number: 1

Operator : MLPR

Time : 19/11/97 12:20 PM

Study : fenoles

Instrument : AUTOSYS_ - 1:A

Channel : A

A/D mV Range : 1000

AutoSampler : BUILT-IN

Rack/Vial : 0/20

Interface Serial # : NONE Data Acquisition Time: 11/08/97 02:30 PM

Delay Time : 0.00 min.

End Time : 11.50 min.

Sampling Rate : 1.5625 pts/sec

Raw Data File : C:\TC4\DATA3\DATA1040.RAW

Result File : C:\WINDOWS\TEMP\~RST2550.RST

Inst Method : C:\TC4\FEN1 from C:\WINDOWS\TEMP\~RST2550.RST

Proc Method : C:\TC4\FEN1.MTH

Calib Method : C:\TC4\FEN1.MTH

Sequence File : C:\TC4\DATA\FENMH.SEQ

Sample Volume : 1.0000 ul

Area Reject : 0.000000

Sample Amount : 1.0000

Dilution Factor : 1.00

REPORTE DE CUANTIFICACION DE COMPUESTOS DEL GRUPO DE FENOLES
PARA LA MUESTRA M684AC.

PROCURADURIA FEDERAL DE PROTECCIÓN AL AMBIENTE

TABLA No. 24.10

ANÁLISIS DE SEMIVOLÁTILES (FENOLES)

PICO TIEMPO # [min]	ÁREA [µV·s]	NOMBRE DEL COMPUESTO	CONCENTRACIÓN (ppm)
1 2.630	17470.70	FENOL	
0 3.561	0.00	O-CRESOL	-0.2864
0 3.854	0.00	P-CRESOL	0.0000
2 7.262	30143.16	2,4,5-TRICLOROFENOL	0.0000
3 7.370	6838.82		57.3526
4 7.464	27635.24		0.0068
5 7.790	2680.93	2,3,4,6-TETRACLOROFE	0.0276
6 10.387	25968.10	PENTAFLOROFENOL	-10.1904
7 10.525	2048.11		47.0863
			0.0020
112785.07			93.9987

Component	Expected Retention (Calibration File)
O-CRESOL	3.561
P-CRESOL	3.854

Software Version: 4.1<2F12>

Sample Name : M686AC

Time : 19/11/97 12:27 PM

Sample Number: 1

Study : fenoles

Operator : MLPR

Instrument : AUTOSYS_-_1:A

Channel : A A/D mV Range : 1000

AutoSampler : BUILT-IN

Rack/Vial : 0/8

Interface Serial # : NONE Data Acquisition Time: 9/08/97 02:27 AM

Delay Time : 0.00 min.

End Time : 11.48 min.

Sampling Rate : 1.5625 pts/sec

Raw Data File : C:\TC4\DATA3\DATA103P.RAW

Result File : C:\WINDOWS\TEMP\~RST2550.RST

Inst Method : C:\TC4\FEN1 from C:\WINDOWS\TEMP\~RST2550.RST

Proc Method : C:\TC4\FEN1.MTH

Calib Method : C:\TC4\FEN1.MTH

Sequence File : C:\TC4\DATA\FENMH.SEQ

Sample Volume : 1.0000 ul

Area Reject : 0.000000

Sample Amount : 1.0000

Dilution Factor : 1.00

REPORTE DE CUANTIFICACION DE COMPUESTOS DEL GRUPO DE FENOLES
PARA LA MUESTRA M686AC.

PROCURADURIA FEDERAL DE PROTECCIÓN AL AMBIENTE

TABLA No. 24.11

ANALISIS DE SEMIVOLÁTILES (FENOLES)

PICO #	TIEMPO [min]	ÁREA [pV·s]	NOMBRE DEL COMPUESTO	CONCENTRACIÓN (ppm)
1	2.633	62436.03	FENOL	0.4657
2	3.346	76992.53		0.0770
3	3.456	45153.48	O-CRESOL	-59.1722
4	3.767	3376.48	P-CRESOL	-59.9091
5	7.254	33275.70	2,4,5-TRICLOROFENOL	59.3567
6	7.360	5300.74		0.0053
7	7.420	18595.67		0.0186
8	7.532	5571.49		0.0056
9	7.790	2039.04	2,3,4,6-TETRACLOROFE	-10.2130
10	10.378	35925.14	PENTA CLOROFENOL	49.8453
11	10.641	2029.02		0.0020
				-50.5181
290684.32				

Missing Component Report

Component	Expected Retention (Calibration File)
-----------	---------------------------------------

All components were found

Software Version: 4.1<2F12>

Sample Name : M687AC

Time : 19/11/97 12:32 PM

Sample Number: 1

Study : fenoles

Operator : MLPR

Instrument : AUTOSYS_-1:A

Channel : A A/D mV Range : 1000

AutoSampler : BUILT-IN

Rack/Vial : 0/10

Interface Serial # : NONE Data Acquisition Time: 8/08/97 03:59 AM

Delay Time : 0.00 min.

End Time : 11.50 min.

Sampling Rate : 1.5625 pts/sec

Raw Data File : C:\TC4\DATA3\DATA103T.RAW

Result File : C:\WINDOWS\TEMP\~RST2550.RST

Inst Method : C:\TC4\FEN1 from C:\WINDOWS\TEMP\~RST2550.RST

Proc Method : C:\TC4\FEN1.MTH

Calib Method : C:\TC4\FEN1.MTH

Sequence File : C:\TC4\DATA\FENMH.SEQ

Sample Volume : 1.0000 ul

Area Reject : 0.000000

Sample Amount : 1.0000

Dilution Factor : 1.00

REPORTE DE CUANTIFICACION DE COMPUESTOS DEL GRUPO DE FENOLES PARA LA MUESTRA M687AC.

PROCURADURIA FEDERAL DE PROTECCIÓN AL AMBIENTE

TABLA No. 24.12

ANÁLISIS DE SEMIVOLÁTILES (FENOLES)

PICO #	TIEMPO [min]	ÁREA [$\mu\text{V}\cdot\text{s}$]	NOMBRE DEL COMPUESTO	CONCENTRACIÓN (ppm)
1	2.625	32342.74	FENOL	-0.0377
2	2.703	9840.18		0.0099
0	3.561	0.00	O-CRESOL	0.0000
3	3.782	1293.15	P-CRESOL	-60.2625
4	7.266	40407.93	2,4,5-TRICLOROFENOL	60.6429
5	7.458	57798.14		0.0578
6	7.797	1822.74	2,3,4,6-TETRACLOROFE	-10.2206
7	10.319	8473.47		0.0085
8	10.389	37624.82	PENTAFLOROFENOL	50.3162
9	10.605	2271.18		0.0023
10	10.669	578.78		0.0006

192453.12

40.5173

Missing Component Report

Component	Expected Retention (Calibration File)
p-CRESOL	3.561

5.1.10.7 Reporte general de laboratorio de cuantificación para compuestos del grupo de fenoles de las muestras: BCOM683AC, M683AC, M684AC, M685AC, M686AC y M687AC.

No. DE MUESTRA	No. DE TABLA
BCOM683AC	TABLA No. 25
M683AC	TABLA No. 26
M684AC	TABLA No. 27
M685AC	TABLA No. 28
M686AC	TABLA No. 29
M687AC	TABLA No. 30

(Las tablas descritas anteriormente se presentan a continuación)

TABLA No. 25

TIPO DE MUESTRA: BCOM6E3AC				
COMPUESTOS	VOLUMEN DE MUESTRA INICIAL	VOLUMEN DE MUESTRA CONCENTRADA	CONCENTRACION OBTENIDA EN LA CURVA	CONCENTRACION CORREGIDA POR EL FACTOR DE CONCENTRACION
FENOL	1	0.01	0.00	0.00
O-CRESOL	1	0.01	0.00	0.00
P-CRESOL	1	0.01	0.00	0.00
M-CRESOL	1	0.01	0.00	0.00
2,4,6-TRICLOROFENOL	1	0.01	0.00	0.00
2,4,5-TRICLOROFENOL	1	0.01	57.53	0.00
TETRACLOROFENOL	1	0.01	0.00	0.00
PENTACLOROFENOL	1	0.01	64.68	0.00

TABLA No. 26

TIPO DE MUESTRA: M633AC							
COMPUESTOS	VOLUMEN DE MUESTRA INICIAL	VOLUMEN DE MUESTRA CONCENTRADA	FACTOR DE CONCENTRACION	CONCENTRACION OBTENIDA EN LA CURVA	CONCENTRACION CORREGIDA CON EL BLANCO	CONCENTRACION CORREGIDA POR EL FACTOR DE CONCENTRACION	OBSERVACIONES
FENOL	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00
O-CRESOL	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00
P-CRESOL	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00
M-CRESOL	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00
2,4,6-TRICLOROFENOL	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00
2,4,5-TRICLOROFENOL	1	0.01	0.01	58.77	0.84	0.0034	0.0034
TETRACLOROFENOL	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00
PENTACLOROFENOL	1	0.01	0.01	31.78	0.00	0.00	0.00

TABLA No. 27

TIPO DE MUESTRA: M634AC							
COMPUESTOS	VOLUMEN DE MUESTRA INICIAL	VOLUMEN DE MUESTRA CONCENTRADA	FACTOR DE CONCENTRACION	CONCENTRACION OBTENIDA EN LA CURVA	CONCENTRACION CORREGIDA CON EL BLANCO	CONCENTRACION CORREGIDA POR EL FACTOR DE CONCENTRACION	OBSERVACIONES
FENOL	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00
O-CRESOL	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00
P-CRESOL	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00
M-CRESOL	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00
2,4,6-TRICLOROFENOL	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00
2,4,5-TRICLOROFENOL	1	0.01	0.01	59.70	1.77	0.0177	0.0177
TETRACLOROFENOL	1	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00
PENTACLOROFENOL	1	0.01	0.01	59.34	0.00	0.00	0.00

5.1.10.7 REPORTE GENERAL DE CUANTIFICACION DEL LABORATORIO PARA LAS MUESTRAS EN EL ANALISIS DE FENOLES

TABLA No. 28

TIPO DE MUESTRA: M685AC		VOLUMEN DE MUESTRA INICIAL		VOLUMEN DE MUESTRA CONCENTRADA		FACTOR DE CONCENTRACION		CONCENTRACION OBTENIDA EN LA CURVA		CONCENTRACION CORREGIDA CON EL BLANCO		CONCENTRACION CORREGIDA POR EL FACTOR DE CONCENTRACION		OBSERVACIONES	
COMPUESTOS	l.	l.	l.	l.	l.			mg/l.	mg/l.	mg/l.	mg/l.	mg/l.	mg/l.		
FENOL	1	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
O-CRESOL	1	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
P-CRESOL	1	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
M-CRESOL	1	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
2,4,6-TRICLOROFENOL	1	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
2,4,5-TRICLOROFENOL	1	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	57.33	57.33	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
TETRACLOROFENOL	1	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
PENTACLOROFENOL	1	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	47.09	47.09	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		

TABLA No. 29

TIPO DE MUESTRA: M686AC		VOLUMEN DE MUESTRA INICIAL		VOLUMEN DE MUESTRA CONCENTRADA		FACTOR DE CONCENTRACION		CONCENTRACION OBTENIDA EN LA CURVA		CONCENTRACION CORREGIDA CON EL BLANCO		CONCENTRACION CORREGIDA POR EL FACTOR DE CONCENTRACION		OBSERVACIONES	
COMPUESTOS	l.	l.	l.	l.	l.			mg/l.	mg/l.	mg/l.	mg/l.	mg/l.	mg/l.		
FENOL	1	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
O-CRESOL	1	0.00	0.01	0.01	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
P-CRESOL	1	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
M-CRESOL	1	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
2,4,6-TRICLOROFENOL	1	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	58.36	58.36	0.00	0.00	0.43	0.00	0.00		
2,4,5-TRICLOROFENOL	1	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
TETRACLOROFENOL	1	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	49.85	49.85	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
PENTACLOROFENOL	1	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		

TABLA No. 30

TIPO DE MUESTRA: M687AC		VOLUMEN DE MUESTRA INICIAL		VOLUMEN DE MUESTRA CONCENTRADA		FACTOR DE CONCENTRACION		CONCENTRACION OBTENIDA EN LA CURVA		CONCENTRACION CORREGIDA CON EL BLANCO		CONCENTRACION CORREGIDA POR EL FACTOR DE CONCENTRACION		OBSERVACIONES	
COMPUESTOS	l.	l.	l.	l.	l.			mg/l.	mg/l.	mg/l.	mg/l.	mg/l.	mg/l.		
FENOL	1	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
O-CRESOL	1	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
P-CRESOL	1	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
M-CRESOL	1	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
2,4,6-TRICLOROFENOL	1	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	60.64	60.64	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
2,4,5-TRICLOROFENOL	1	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	2.71	2.71	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
TETRACLOROFENOL	1	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
PENTACLOROFENOL	1	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	50.32	50.32	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		

5.1.10.7 REPORTE GENERAL DE CUANTIFICACION DEL LABORATORIO PARA LAS MUESTRAS EN EL ANALISIS DE FENOLES

5.1.11 OBSERVACIONES:

5.1.11.1 PREPARACION DE MUESTRA

NOTA: LAS MUESTRAS ANTERIORES PREPARADAS PARA EL ANALISIS DE PESTICIDASORGANOCORADOS FUERON PREPARADAS NUEVAMENTE PARA CONTINUAR CON EL ANALISIS DE COMPUESTOS FENOLICOS.

5.1.11.1.1 ESTADO INICIAL DE LAS MUESTRAS :

TABLA No. 31

No. DE MUESTRA	ESTADO INICIAL
BCOM6831308	LIQUIDA
M6831308	LIQUIDA
M6841308	LIQUIDA
M6851308	LIQUIDA
M6861308	LIQUIDA
M6871308	LIQUIDA

5.1.11.1.2 CANTIDAD DE MUESTRA OBTENIDA DESPUES DE LA EXTRACCION NEUTRA-BASICA:

TABLA No. 32

No. DE MUESTRA	CANTIDAD DE MUESTRA APROXIMADA
BCOM6831308	1 LITRO
M6831308	1 LITRO
M6841308	1 LITRO
M6851308	1 LITRO
M6861308	1 LITRO
M6871308	1 LITRO

5.1.11.1.3 PH DE LAS MUESTRAS ANTES DE LA EXTRACCION CON SOLVENTE ORGANICO (CLORURO DE METILENO).

TABLA No. 33

No. DE MUESTRA	PH INICIAL
BCOM6831308	11.5
M6831308	11.7
M6841308	11.6
M6851308	11.5
M6861308	11.3
M6871308	11.4

5.1.11.1.4 PH DE LAS MUESTRAS PARA LA EXTRACCION ACIDA:

TABLA No. 34

No. DE MUESTRA	PH NEUTRO ACIDO	COMPORTAMIENTO DE LA MUESTRA
BCOM6831308	3.2	Disminución de la presencia de precipitado blanco.
M6831308	3.4	Poca presencia de precipitado blanco.
M6841308	3.1	Poca presencia de precipitado blanco.
M6851308	3.2	Poca presencia de precipitado blanco.
M6861308	3.3	Poca presencia de precipitado blanco.
M6871308	3.4	Poca presencia de precipitado blanco.

5.1.11.15 PRIMERA EXTRACCION CON SOLVENTE ORGANICO (CLORURO DE METILENO).

TABLA No. 35

No. DE MUESTRA	SEPARACION DE FASES DE LA 1RA. EXTRACCION	COMPORTAMIENTO	PROBLEMAS DE SEPARACION DEL EXTRACTO ORGANICO
BCOM6831308	Es clara la separación.	Reacción casi nula y poco desprendimiento de gases.	NINGUNO
M6831308	Es clara la separación.	Reacción moderada y poco desprendimiento de gases.	NINGUNO
M6841308	Es clara la separación.	Reacción moderada y poco desprendimiento de gases.	NINGUNO
M6851308	Es clara la separación.	Reacción moderada y poco desprendimiento de gases.	NINGUNO
M6861308	Es clara la separación.	Reacción moderada y poco desprendimiento de gases.	NINGUNO
M6871308	Es clara la separación.	Reacción moderada y poco desprendimiento de gases.	NINGUNO

5.1.11.1.6 SEGUNDA EXTRACCION CON SOLVENTE ORGANICO (CLORURO DE METILENO)

TABLA No. 36

No. DE MUESTRA	SEPARACION DE FASES DE LA 2DA. EXTRACCION	COMPORTAMIENTO	PROBLEMAS DE SEPARACION DEL EXTRACTO ORGANICO
BCOM6831308	Es clara la separación.	Reacción moderada y poco desprendimiento de gases.	NINGUNO
M6831308	Es clara la separación.	Reacción moderada y poco desprendimiento de gases.	NINGUNO
M6841308	Es clara la separación.	Reacción moderada y poco desprendimiento de gases.	NINGUNO
M6851308	Es clara la separación.	Reacción moderada y poco desprendimiento de gases.	NINGUNO
M6861308	Es clara la separación.	Reacción moderada y poco desprendimiento de gases.	NINGUNO
M6871308	Es clara la separación.	Reacción moderada y poco desprendimiento de gases.	NINGUNO

5.1.11.1.7 TERCERA EXTRACCION CON SOLVENTE ORGANICO (CLORURO DE METILENO).

TABLA No. 37

No. DE MUESTRA	SEPARACION DE FASES DE LA 3RA. EXTRACCION	COMPORTAMIENTO	PROBLEMAS DE SEPARACION DEL EXTRACTO ORGANICO
BCOM6831308	Es clara la separación.	Reacción casi nula y poco desprendimiento de gases.	NINGUNO
M6831308	Es clara la separación.	Reacción casi nula y poco desprendimiento de gases.	NINGUNO
M6841308	Es clara la separación.	Reacción casi nula y poco desprendimiento de gases.	NINGUNO
M6851308	Es clara la separación.	Reacción casi nula y poco desprendimiento de gases.	NINGUNO
M6861308	Es clara la separación.	Reacción casi nula y poco desprendimiento de gases.	NINGUNO
M6871308	Es clara la separación.	Reacción casi nula y poco desprendimiento de gases.	NINGUNO

5.1.11.1.8.- LIMPIEZA DE LOS EXTRACTOS EN COLUMNA DE FLORISIL:

TABLA No. 38

No. DE EXTRACTO	COMPORTAMIENTO	RESULTADO
BCOM683AC	Atraviesa la columna sin problemas.	Extracto transparente sin color.
M683AC	Atraviesa la columna sin problemas.	Extracto transparente sin color.
M684AC	Atraviesa la columna sin problemas.	Extracto transparente sin color.
M685AC	Atraviesa la columna sin problemas.	Extracto transparente sin color.
M686AC	Atraviesa la columna sin problemas.	Extracto transparente sin color.
M687AC	Atraviesa la columna sin problemas.	Extracto transparente sin color.

5.1.11.1.9.- CONCENTRACION:

Todos los extractos se concentraron a 1 ml aproximadamente y se aforaron a 10 ml con metanol. Se almacenaron a 4°C, para su posterior análisis.

5.1.11.2 ANALISIS DE MUESTRA.

5.1.11.2.1 TIEMPO DE RETENCION DE COMPUESTOS INDIVIDUALES ESTABLECIDOS EN EL METODO:

TABLA No. 39

COMPUESTOS	TIEMPO DE RETENCION
FENOL	2.576
O-CRESOL	3.561
P-CRESOL	3.854
2,4,5-TRICLOROFENOL	7.099
2,3,4,6-TETRACLOROFENOL	7.751
PENTA CLOROFENOL	10.410

5.1.11.2.2 CONSTRUCCION DE CURVAS DE CALIBRACION:

TABLA No. 40

COMPUESTOS	COEFICIENTE DE CORRELACION LINEAL EN EC. DE 1ER. GRADO
FENOL	0.990542
O-CRESOL	0.987145
P-CRESOL	0.994069
2,4,5-TRICLOROFENOL	0.951927
2,3,4,6-TETRACLOROFENOL	0.994595
PENTA CLOROFENOL	0.957929

5.1.12 ANALISIS DE RESULTADOS.

5.1.12.1 ANALISIS CUALITATIVO.

TABLA No. 41

No. DE MUESTRA	ANALISIS CUALITATIVO
BCOM683AC	Se observa una gran respuesta de la matriz y posteriormente pequeñas respuestas que dan información de la posible presencia del compuesto pentaclorofenol y de algunos contaminantes.
M683AC	Las respuestas que presenta esta muestra son similares a las del blanco (BMCOM6831308), sólo que en menor proporción.
M684AC	Las respuestas que presenta esta muestra son similares a las del blanco (BMCOM6831308), sólo que en menor proporción.
M685AC	Las respuestas que presenta esta muestra son similares a las del blanco (BMCOM6831308), sólo que en menor proporción.
M686AC	Las respuestas que presenta esta muestra son similares a las del blanco (BMCOM6831308), sólo que en menor proporción.
M687AC	Las respuestas que presenta esta muestra son similares a las del blanco (BMCOM6831308), sólo que en menor proporción.

5.1.12.2 ANALISIS CUANTITATIVO.

TABLA No. 42

No. DE MUESTRA	ANALISIS CUANTITATIVO
BCOM683AC	Analizando los resultados generados de la tabla No. 24.7 se observa la presencia de los compuestos 2,4,5-Triclorofenol y Pentaclorofenol en una cantidad no considerable.
M683AC	Analizando los resultados generados de la tabla No. 24.8 se observa la presencia no considerable del compuesto 2,4,5-Triclorofenol.
M684AC	Analizando los resultados generados de la tabla No. 24.9 se observa la presencia no considerable del compuesto 2,4,5-Triclorofenol.
M685AC	Analizando los resultados generados de la tabla No. 24.10 se observa que no existe la presencia de ninguno de los compuestos establecidos en el grupo de fenoles.
M686AC	Analizando los resultados generados de la tabla No. 24.11 se observa la presencia de los compuestos fenol y 2,4,5-Triclorofenol en una cantidad no considerable.
M687AC	Analizando los resultados generados de la tabla No. 24.12 se observa la presencia no considerable del compuesto 2,4,5-Triclorofenol.

5.2 CONCLUSIONES:

1.-De acuerdo con el objetivo planteado en el punto 5.1.2.1 de esta parte experimental, acerca de identificar los picos característicos de los compuestos que integran el grupo de pesticidas organoclorados (Hexaclorobenceno, Lindano, Heptacloro, Epóxido de Heptacloro, Endrín y Metoxicloro), así como los compuestos que integran el grupo de fenoles (Fenol, o-Cresol, p-Cresol, 2,4,5 Triclorofenol, 2,3,4,6 Tetraclorofenol y Pentaclorofenol) y establecer los tiempos de retención para cada uno de los compuestos y de acuerdo con los cromatogramas típicos de los compuestos establecidos en los grupos de pesticidas organoclorados (figura No. 4) y fenoles (figura No. 13), se concluye que, bajo las condiciones establecidas en los procedimientos de los métodos de pesticidas organoclorados (numeral 4.2.9) y fenoles (numeral 4.1.9) la separación de los compuestos correspondientes para cada grupo, es completa y resuelta, por lo que hace que estos procedimientos sean confiables en cuanto a la separación e identificación de los compuestos que se encuentran tanto en el grupo de pesticidas organoclorados como en el de fenoles.

2.-Analizando la tabla No. 22 donde se presentan los coeficientes de correlación lineal de las curvas de calibración de los compuestos del grupo de pesticidas organoclorados; obtenidos de las figuras No. 6.1a, 6.2, 6.3, 6.4, 6.5 y 6.6, para los compuestos de hexaclorobenceno, lindano, heptacloro, epóxido de heptacloro, endrín, y metoxicloro respectivamente, se observa que se encuentran dentro del rango de aceptación que va desde 1 hasta 0.97, excepto para los compuestos de heptacloro y metoxicloro quienes presentan un coeficiente de correlación de 0.90 y 0.96 correspondientemente, por lo que se concluye que, las curvas de calibración construidas con los valores en relación de volumen para cada compuesto (tabla No. 5.7), son aceptables para los compuestos de hexaclorobenceno, lindano, epóxido de heptacloro y endrín, pero no lo son para los compuestos de heptacloro y metoxicloro, por lo que dependiendo del análisis cuantitativo de las muestras, si se presentan concentraciones mayores al último nivel (nivel 5) de concentración utilizado para la elaboración de las curvas de calibración (Tabla No. 5.6) es necesario repetir la preparación de los estándares de referencia y elaboración de curvas de calibración, cuidando que el material de vidrio este perfectamente limpio, utilizar reactivos grado pesticida mejorar los procedimientos de enjuagado de la jeringa, toma e introducción de estándares de referencia certificados a los viales correspondientes y medida de inyección.

3.- Con relación a la tabla No. 40, la cual muestra los coeficientes de correlación lineal de los compuestos pertenecientes al grupo de fenoles (fenol, o-cresol, p-cresol, 2,4,5 triclorofenol, 2,3,4,6-tetraclorofenol y pentaclorofenol), obtenidos de las figuras No. 15.1, 15.2, 15.3, 15.4, 15.5 y 15.6 respectivamente, se observa que los valores se encuentran dentro del intervalo de confianza para los compuestos: fenol, o-cresol, p-cresol, 2,3,4,6-tetraclorofenol, no así, para los compuestos de 2,4,5 triclorofenol y pentaclorofenol, quienes reportan valores de coeficiente lineal de 0.95 y 0.96 respectivamente, por lo tanto se concluye que, la preparación de los estándares de referencia y la elaboración de las curvas de calibración pertenecientes a los compuestos del grupo de fenoles tendrán que repetirse, si las muestras analizadas cuantitativamente rebasan la concentración establecida en el nivel 5 de la tabla No. 5.2, asegurándose de utilizar material de vidrio que este perfectamente limpio, emplear reactivos grado pesticida, mejorar los procedimientos de enjuagado de la jeringa, optimizar la toma e introducir los estándares de referencia certificados a los viales correspondientes y medida de inyección.

Tomando en cuenta lo descrito anteriormente, se concluye que, la construcción de curvas de calibración para los métodos de pesticidas organoclorados y fenoles, establecidos en el objetivo 5.1.2.2, con el análisis de diferentes niveles de concentración, para mezclas de estándares certificados, en proporción de volumen establecidos en las tablas No. 5.7 y 5.3 respectivamente, son aceptables, pero se debe tener extremados cuidados en el manejo de estándares

certificados, debido a que en la preparación de mezclas estos pueden sufrir evaporación al ser colocados en la matriz donde se trabaja, (para el análisis de pesticidas organoclorados y fenoles se utilizó metanol), o afectarse por contaminación. Por lo que también se propone trabajar con mezcla de estándares de referencia certificados y minimizar de esta manera los efectos de evaporación y contaminación.

4.- Así mismo haciendo mención al objetivo mostrado en el numeral 5.1.2.3 en el que se establece la preparación de muestras para evitar interferencias y/o contaminación, analizando los cromatogramas de las muestras BCOM6831308BAS M6831308BAS M6841308BAS M6851308BAS M6861308BAS y M6871308BAS (figuras No. 7, 8, 9, 10, 11 y 12 correspondientemente), se establece que todos presentaron al inicio picos no resueltos, así como la presencia de picos definidos a lo largo del tiempo de análisis, pero no identificados dentro de los compuestos establecidos en el grupo de pesticidas organoclorados.

En el caso de todos los cromatogramas, resultados del análisis de los compuestos fenólicos para las muestras BCOM683AC, M683AC, M684AC, M685AC, M686AC y M687AC (figuras No. 16, 17, 18, 19, 20 y 21), se observa que la matriz (metanol) tiene una gran respuesta, llegando casi al tiempo de retención del o-cresol, después continúa con pequeñas señales, localizándose una de ellas en el tiempo de retención del pentaclorofenol y las demás pueden considerarse como ruido electrónico o pequeñas cantidades de otros compuestos.

Por lo que se concluye que la preparación de muestras es aceptable, debido a que ningún pico interfirió con otro específico de los compuestos establecidos en los métodos del grupo de pesticidas organoclorados y fenoles.

5.- Por otro lado analizando las tablas No. 6.7, 6.8, 6.10, 6.11 y 6.12 pertenecientes a los reportes de cuantificación de compuestos de pesticidas organoclorados para las muestras: BCOM6831308BAS M6831308BAS M6851308BAS M6861308BAS y M6871308BAS respectivamente, las cuales reportan que no existe la presencia de ningún compuesto establecido en el grupo de pesticidas organoclorados de este manual, dato que se confirma en el reporte general de cuantificación del laboratorio para el grupo de pesticidas organoclorados (tablas No. 7, 8, 10, 11 y 12 respectivamente), en el que se afecta la concentración obtenida en la curva (columna 5 de las tablas No. 8, 10, 11 y 12) por la resta de los valores de la respuesta del blanco (columna 6 de las tablas mencionadas anteriormente); y finalmente por la multiplicación del factor de concentración

La muestra M6841308 que se reporta en la tabla No. 6.9, establece la presencia del compuesto epóxido de heptacloro (0.003 ppm), cantidad que se considera despreciable cuando se altera por la resta del valor del blanco para este compuesto que es de 0 y por el la multiplicación del factor de concentración (0.00003); procedimientos que se estima en la tabla No. 9 comparándola con la cantidad del límite máximo permisible que es de 0.008 ppm (tabla No. 5.4). Analizando de la misma forma los reportes de cuantificación para compuestos del grupo de fenoles, elaborados mediante el software del sistema cromatográfico (tablas No. 25, 26, 27, 28, 29 y 30), correspondientes a las muestras: BCOM683AC, M683AC, M684AC, M685AC, M686AC y M687AC, las cuales establecen la presencia de los compuestos de 2,4,5-triclorofenol y pentaclorofenol en todas las muestras; estos datos fueron trasladados a el reporte general de cuantificación del laboratorio para el grupo de fenoles (concernientes a las tablas No. 25, 26, 27, 28, 29 y 30), en el que también los valores obtenidos en la curva fueron procesados por la resta de los valores del blanco (BCOM683) y afectados por el factor de concentración ocasionando que los valores obtenidos inicialmente de los reportes de cuantificación estimados por el software del sistema cromatográfico se minimizaran hasta cantidades poco consideradas, si comparamos el dato más grande obtenido en todas las muestras analizadas para el compuesto 2,4,5-triclorofenol, que es de 0.0271 ppm, perteneciente a la muestra M687AC (tabla No. 30), con la concentración máxima permisible (tabla No. 5), que es de 400 ppm. Para el compuesto pentaclorofenol, el dato más grande reportado en la tabla No. 25, valor procedente del reporte

de cuantificación de la muestra BCOM683AC, (tabla No. 24.7) que es de 66.68 ppm, y que es modificado también por el factor de concentración, dando como resultado final la minimización de esta concentración siendo esta de 0.6668 ppm, y comparada con la concentración máxima permisible (tabla No. 5), que es de 100 ppm.

Es importante mencionar que el valor más alto de concentración del compuesto pentaclorofenol obtenido en las muestras analizadas, se reporta en el blanco de análisis (BCOM683AC), por lo que se supone que este, se contaminó con el material de vidrio en donde se almaceno, en todo el procedimiento de preparación de muestras.

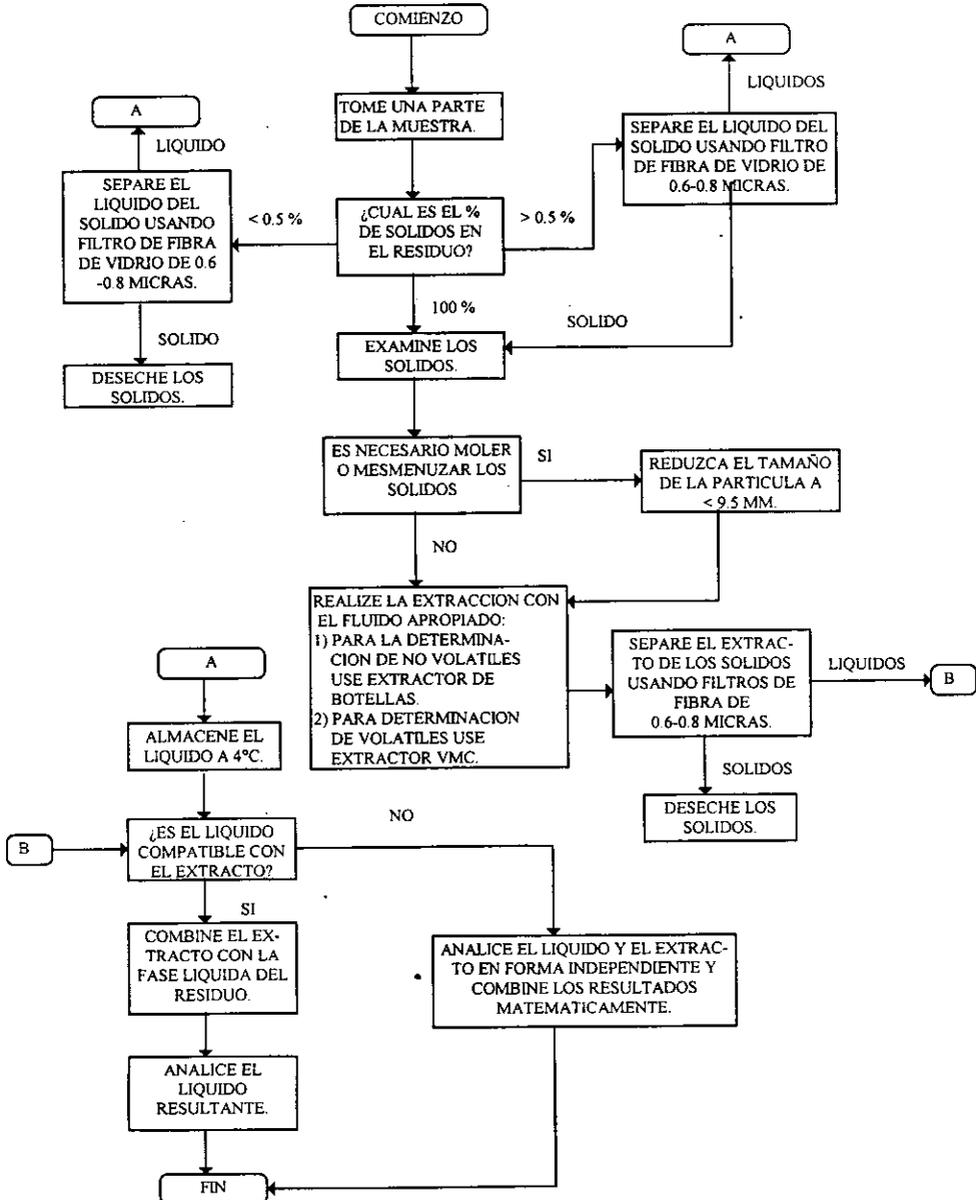
Haciendo referencia a lo mencionado en el objetivo 5.1.2.3 de determinar cuantitativamente los compuestos establecidos en el grupos de pesticidas organoclorados y fenoles y de acuerdo con lo analizado en los párrafos del punto 5, se concluye que, bajo las condiciones establecidas en el procedimiento del método de pesticidas organoclorados y con la curva de calibración elaborada para este método si es posible caracterizar los compuestos que integran el grupo de pesticidas organoclorados, puesto que, sólo existe la presencia del compuesto de epóxido de heptacloro y las curvas de calibración que salen fuera del rango de aceptación son las de los compuestos de heptacloro y metoxicloro.

Para la determinación de los compuestos del grupo de fenoles y con respecto a lo descrito en los últimos párrafos de punto 5, se concluye que bajo las condiciones establecidas en el procedimiento del método de fenoles y con la curva de calibración construir para este método, si es posible caracterizar los compuestos que integran el grupo de fenoles, por que aún cuando los compuestos presentes en las todas las muestras fueron el 2,4,5-triclorofenol y pentaclorofenol, los valores reportados se encuentran por de bajo del máximo nivel (nivel 5 de las tabla No. 5.6 y 5.2 respectivamente). Además se concluye que, la presencia de los compuestos 2,4,5-triclorofenol y pentaclorofenol en el blanco, indican un problema de contaminación en el análisis de las muestras, por lo que se propone, tener un procedimiento de preparación de muestras más cuidadoso contemplando los siguientes aspectos: utilizar la campana de extracción, etiquetar todas las sustancias con datos de concentración, fecha y nombre de la persona que preparó la solución, verificar que todo el material de vidrio este completamente limpio y utilizar reactivos grado pesticida.

6.- Por último de acuerdo con la introducción del presente trabajo, que hace referencia a el problema de la generación de residuos peligrosos en México y de la condición que existe por regular la cantidad de compuestos generados, se origina la necesidad de determinar los compuestos tóxicos que hacen a un residuo peligroso, para cumplir con la normatividad ambiental vigente, y a los resultados obtenidos en la parte experimental con la aplicación de los procedimientos y métodos propuestos este manual, se concluye, que este manual contiene la información necesaria para determinar compuestos orgánicos no purgables, específicamente los contemplados en los grupos de pesticidas organoclorados y fenoles, establecidos en la NOM-052-ECOL/93, a partir del procedimiento de extracción para compuestos tóxicos (procedimiento PECT), descrito en la norma NOM-053-ECOL/93, para muestras ambientales como se menciona en el objetivo general (numeral 5.1.1).

ANEXO 1.

PROCEDIMIENTO SIMPLIFICADO PARA LLEVAR A CABO LA PRUEBA DE EXTRACCION (PECT).



ANEXO 2

LIMPIEZA Y ALMACENAMIENTO DEL MATERIAL DE VIDRIO, PURIFICACION DE REACTIVOS Y DISOLVENTES, Y RECOMENDACIONES IMPORTANTES DE CROMATOGRAFIA.

A. LIMPIEZA Y ALMACENAMIENTO DEL MATERIAL DE VIDRIO.

En laboratorios en los cuales se detectan residuos de sustancias en intervalos de ppb (partes por billón, 1×10^{-9}) y se trabaja con métodos analíticos ultra sensibles como es el de cromatografía de gases con detector de captura de electrones, los problemas que puede causar el material de vidrio mal lavado pueden ser muy graves.

La contaminación que ocasiona el material sucio puede interferir en el análisis haciendo aparecer en el cromatograma picos extraños que, en casos extremos, pueden traslaparse completamente, o bien, enmascarar el pico de interés.

Por ésto, es primordial efectuar una limpieza escrupulosa del material de vidrio y mantener las mejores condiciones de conservación y almacenamiento del mismo, hasta se uso.

PROCEDIMIENTO.

Lavado.

1. Inmediatamente después de usar el material de vidrio elimine con abundante agua los residuos de sustancias que quedan en su superficie.
2. Adicionar al material una solución de mezcla crómica y dejar reposar por 24 horas, posteriormente enjuagar con agua de grifo.
3. Lavar todo el material con una solución acuosa de extrán o detergente equivalente, enjuagar perfectamente con agua de grifo.
4. Enjuagar con agua destilada.
5. Dejar secar completamente el material.
6. Enjuagar con acetona grado reactivo.
7. Dejar escurrir el material.
8. Sacar \pm 1 hora en una estufa de secado a 110°C .

Almacenamiento.

Una vez que el material de vidrio ha sido lavado y secado, se tapan las bocas con papel aluminio y se guardan para su uso posterior.

B. PURIFICACION DE REACTIVOS.

En el análisis de residuos de plaguicidas y otros contaminantes es necesario que los reactivos que se emplean en cada una de las etapas del análisis tengan la calidad adecuada, es decir, sean ultrapuros.

Cuando no se pueden conseguir reactivos nanogrado, se puede optar por purificar los reactivos grado analítico. El procedimiento de purificación es específico para cada reactivo y otros materiales.

Sulfato de Sodio, Anhidro.

1. Coloque el sulfato de sodio que se desea purificar en cápsulas de porcelana procurando que éstas se llenen completamente.
2. Introduzca las cápsulas con el sulfato de sodio a la mufla y caliente a 600°C durante 72 horas.
3. Saque las cápsulas de la mufla e inmediatamente métalas al horno a 110°C, hasta que se enfríen (aproximadamente 0.5 horas).
4. Finalmente vierta el sulfato de sodio en frascos ámbar pequeños, los cuales se llenan perfectamente y se etiquetan correctamente.

Carbón Vegetal.

1. Ponga el carbón vegetal en un recipiente de vidrio con acetona G.P. caliente en un baño maría.
2. Enfríe y filtre al vacío. Repita este procedimiento tres veces.
3. Enjuague después con acetona fría.
4. Seque y caliente a 135°C en un horno de convección.
5. Guárdelo a esta temperatura hasta el momento de usarlo.

Nota: La purificación del carbón debe hacerse inmediatamente antes de usarlo.

Lana de vidrio.

1. Coloque la lana de vidrio en un embudo Büchner y vierta suficiente acetona para que se lave la lana.
2. Elimine la acetona restante por succión al vacío.
3. Transfiera la lana así lavada a charolas Pyrex e introdúzcalas al horno de secado a 120°C. Permita que permanezcan durante 72 horas.
4. Coloque la lana de vidrio a recipientes ámbar previamente lavados, sellar, guardar y etiquetados.

Septa.

1. Coloque las septas en vidrios de reloj. enjuague varias veces con acetona durante 24 horas a una temperatura mayor de la de operación de el inyector del cromatógrafo, generalmente entre 200 y 250 °C.
2. Guarde las septas en un frasco ambar previamente lavado,, sellar con parafim y etiquetar.

C. PURIFICACION DE DISOLVENTES.

En general los disolventes "Grado Reactivo Analítico" (R.A.) contienen impurezas que pueden interferir gravemente con el análisis de residuos y, además llegar a disminuir la sensibilidad del detector del cromatógrafo que se esté empleando, ya sea, de captura de electrones, de fotometría de flama o de ionización de flama alcalina. Por lo tanto, los disolventes deben purificarse por una o dos destilaciones en material de vidrio, con tratamiento químico o sin él. Por otra parte, los disolventes comerciales "Destilados en vidrio", "Nanogrado", "Grado Plaguicida", etc., a pesar de su alto costo, no necesariamente tienen la calidad satisfactoria. Cualquiera que sean los reactivos o disolventes que se tengan es indispensable que su calidad se verifique llevando a cabo una prueba de pureza de cada lote de disolvente "Ultrapuro" o purificado.

La purificación de los disolventes se efectúa por doble destilación en equipo de vidrio siguiendo el procedimiento que se describe a continuación.

C.1 OBSERVACIONES GENERALES.

1. Cuide que el material de vidrio se encuentre en buenas condiciones. Para evitar accidentes no debe estar estrellado o despostillado.
2. Todas las tapas deben tener contratapa de lámina de teflón o de papel aluminio.
3. Lave las tapas con detergente de buena calidad (Extrán neutro, Sulfapol 9010 o equivalente), enjuáguela con abundante agua de la llave, y, a continuación con agua destilada. Espere a que esten secas completamente y a continuación enjuaguelas con acetona dejando que esta se evapore. Finalmente, enjuáguelas con acetona y hexano G.P. y colóquelas de inmediato. No las guarde sueltas.

C.2 PURIFICACION DE REACTIVOS PARA LA DESTILACION.

A excepción de koh kmno₄, todos los reactivos se someten al siguiente proceso para eliminar la humedad de los compuestos volátiles.

1. Coloque una capa de reactivo de aproximadamente 1 pulgada de altura de una charola pyrex para horno.
2. Introducir a un horno de corriente forzada de aire, precalentada a 130 °c.
3. Calentar durante 48 hrs.
- 4 Sacar y transferir el reactivo de inmediato a frascos de vidrio color ámbar, de boca ancha, limpios.

5. Tapar, sellar con parafilm y etiquetar.

C.3 EMPACADO DE LAS COLUMNAS PARA LA DESTILACION DE DISOLVENTES.

1. Use guantes desechables para empacar las columnas con los anillos tipo Rasching.
2. Envolver las columnas ya empacadas con las cintas de asbesto.
3. Asi mismo, envuelva con dichas cintas las columnas que no se deben empacar, a excepci3n de las que se usan para destilar acetona.

C.4 PROCEDIMIENTO.

C.4.1 PRIMERA DESTILACION.

1. Vertir aproximadamente 10 lt. de disolvente grado "Reactivo Analítico" en un matraz de fondo redondo de 12 l. Agregar unas piedras de ebullici3n.
2. Conectar el re3stato y calentar a la temperatura de ebullici3n del disolvente.
3. Destilar a una velocidad aproximada de 20 ml/min. y eliminar aproximadamente el 10% de "cabezas".
4. Recojer el destilado en garrafones de vidrio de 20 lt para su posterior destilaci3n.
5. Dejar 10% de "colas" aproximadamente.
6. Tapar el garraf3n con una tapa con empaque de l3mina de tefl3n. Etiquetar.

C.4.2 SEGUNDA DESTILACION O REDESTILACION.

1. Adicionar aproximadamente 2 ½ lt. De disolvente ya destilado en un matraz de fondo redondo de 5 lt.
 2. Agregar los reactivos (si son necesarios), un agitador magn3tico y piedras de ebullici3n seg3n el disolvente que se redestile, conforme se indica en la tabla No. 5.
 3. Colocar el matraz en una manta de tama3o adecuado. Conectar a una columna de rectificaci3n, seg3n se indica en la tabla No. 5, y a un refrigerante recto con uni3n esmerilada.
 4. Conectar el re3stato y calentar a la temperatura de ebullici3n del disolvente.
 5. Eliminar el 10% de "cabezas" aproximadamente.
 6. Recojer el destilado en garrafones de vidrio 3mbar de un gal3n.
 7. Dejar aproximadamente 10% de "colas".
 8. Tapar el garraf3n y etiquetar.
- el 10% de "cabezas" aproximadamente.

6. Recoja el destilado en garrafones de vidrio ámbar de un galón.

7. Dejar aproximadamente 10% de "colas".

8. Tapar el garrafón y etiquetar.

TABLA No. 42.1

DISOLVENTE	REACTIVOS, RA G/3 lt. SOLV.	AGITACION	TIPO DE COLUMNA RECOMEN- DA	AISLANTE DE CINTA DE ASBESTO REDEDOR DE LA COLUMNA	VELOCIDAD DE DESTILACION ml/min.
Acetona		Magnética	Vigreux	No	5
Hexano		-----	Simple, con 60 g. de KOH	No	5
Eter de petróleo		-----	Simple, con 60 g. de KOH	No	5
Eter etílico		Magnética	Vigreux	Si	5
Benceno		Magnética	C/anillos Rasching	Si	3
Cloruro de metileno		Magnética	C/anillos Rasching	Si	3
Cloroforno		Magnética	C/anillos Rasching	Si	3
Acetonitrilo		Magnética	Vigreux	Si	3-4
Metanol		Magnética	C/anillos Rasching	Si	5
Etanol		Magnética	C/anillos Rasching	Si	5
Acetato de Etilo		Magnética	Vigreux	Si	5
Iso-Octano (2,2,4-trimetil Pentano)		-----	Simple, con 60 g. de KOH	No	5
Heptano		-----	Simple, con 60 g. de KOH	No	5
Tolueno		Magnética	C/anillos Rasching	Si	5

C.4.3 PRUEBA DE PUREZA DE LOS DISOLVENTES.

La prueba de pureza se hace siempre a cada lote de disolvente "puro" o purificado. No se recomienda hacerla con disolventes grado "reactivo analítico" puesto que puede contaminar irreversiblemente el detector de captura de electrones.

Antes de comenzar, lavar el evaporador rotatorio evaporando en él \pm 100 ml de acetona grado plaguicida (G.P.).

1. Inyectar 1 μ l de solución de tolueno al 2% de hexano, G.P. para verificar la pureza de esta solución. En vez de tolueno se puede usar nujol.

2. Adicionar aproximadamente 80 ml del disolvente que se desea probar en un matraz de fondo redondo, de 100 ml, con unión esmerilada 24/40.

3. Agregar dos gotas de la solución de tolueno en n-hexano (solución de concentración)

El tolueno disuelve y retiene las impurezas que pueda contener el disolvente que se va a probar y simula la acción disolvente de los lípidos en las muestras que se analizan.

Evaporar el disolvente a sequedad en un evaporador rotatorio a la temperatura adecuada. Esto es especialmente importante con los siguientes disolventes: cloroformo, cloruro de metileno, acetato de etilo, acetona y acetonitrilo.

4: Enjuagar las paredes del matraz con 1 ml de n-hexano G.P.

5. Inyectar 5 μ l del disolvente concentrado obtenido en el punto 4 en un cromatógrafo con detector de captura de electrones, ajustado para dar una respuesta de 1/3 de alto de la carta del graficador con 2 μ l de solución de α DHC en n-heptano o iso-octano de concentración 2×10^{-6} . Para detectar las impurezas de alto tiempo de retención. Deje correr el cromatograma en un tiempo equivalente a 1.5 veces del tiempo de retención del p,p'-DDT, que se habrá determinado previamente.

6. El cromatograma no debe presentar picos detectables, el gradiente del disolvente debe ser angosto, no debe superponerse con los picos de hexaclorobenceno y los isómeros del BHC que son los plaguicidas de menor tiempo de retención.

7. Si desea, se puede inyectar el mismo concentrado obtenido en el punto 4 en el cromatógrafo equipado con detector de fotometría de flama o de ionización de flama alcalina.

8. Si el cromatograma presenta picos o un frente de disolvente muy ancho, el disolvente se purifica de nuevo. En algunos casos, es más conveniente desechar y purificar un lote diferente. Si no es posible descartarlo, repetir la purificación.

9. Si el disolvente pasa la prueba de la pureza, recortar el cromatograma del concentrado y pegar abajo de la etiqueta en el garrafón correspondiente.

Este disolvente se considera de "grado plaguicida" y en lo sucesivo se llamará G.P.

Este disolvente se considera de "Grado plaguicida" y en lo sucesivo se llamará G.P.

C.4.4 ETIQUETADO DE LOS GARRAFONES.

1. La etiqueta debe especificar el nombre del disolvente, la fecha de destilación y el nombre del responsable de la purificación.
2. Para un manejo más fácil las etiquetas deben de ir en el lado izquierdo de la oreja del garrafón. La etiqueta puede ser una tira de "maskin-tape", tela adhesiva o equivalente.
3. Para evitar la contaminación del disolvente por polvo atmosférico o sustancias ambientales, en caso de que no les haga la prueba de pureza de inmediato, sellar las tapas por la parte exterior, con papel aluminio y con parafilm® sobre el aluminio.
4. Los cromatogramas de control de calidad deben llevar los siguientes datos:

Fecha, nombre del disolvente, cantidad inyectada, condiciones de operación del cromatógrafo de gases (tipo de empaque de la columna, sensibilidad del atenuador del cromatógrafo, etc.)

5. Por último, sellar las tapas de los garrafones por la parte exterior con papel aluminio y parafilm® para evitar la contaminación del disolvente durante el almacenamiento.

C.4.5 PREPARACION DEL GAS DE ARRASTRE.

1. Es extremadamente importante el uso de gas de arrastre limpio y libre de oxígeno, para trabajo con columna capilar puesto que su delgada película de la fase estacionaria en las paredes es susceptible a la oxidación a elevadas temperaturas. Por esta razón se recomienda usar ampliamente gas purificado grado cromatográfico y una trampa de oxígeno.
2. El hidrógeno, nitrógeno o helio son los gases de arrastre más comúnmente utilizados para cromatografía de gases y columna capilar. Ajustar la presión principal a los valores del gas de arrastre conforme al método de análisis en la sección de procedimientos.

C.4.6 ACONDICIONAMIENTO DE LA COLUMNA.

El siguiente procedimiento para acondicionar una columna capilar solo es necesario aplicarlo para una columna nueva.

1. Después de conectar la columna capilar a un fluido de gas inerte, permitir que la columna purgue a temperatura ambiente por 15 minutos.
2. Calentar la columna, desde la temperatura ambiente (aprox. 25°C) hasta 10 °C menor a la temperatura máxima de operación, con un incremento de temperatura de 5°C/minuto y mantener así por 45 minutos.
3. Cuando la columna está acondicionada, en todos los casos, permitir que el gas de arrastre fluya a través de la columna alrededor de 15 minutos antes de encender el calentamiento para el horno, inyector y detector. Esto asegura el uso de una purga completa del oxígeno de la columna antes de que se aplique el calentamiento.
4. Si trabajas con alta sensibilidad o con columnas de capa gruesa (>1µm), el ciclo de acondicionamiento se repetirá varias veces.

C.4.7 PRUEBA DE METANO.

Lo primero que se debe de hacer es verificar si la columna capilar ha sido instalada apropiadamente. Esto es comunmente conocido como "prueba de metano". Esta prueba puede ser utilizada para establecer la velocidad de flujo lineal del gas de arrastre y el tiempo de retención de la columna.

Con la columna instalada, el gas de arrastre fluye por el inyector y detector encendidos y se calienta a una temperatura normal de operación, calentar el horno alrededor de 50°C. Conecta tu grabadora o integrador a una velocidad de hoja de 5cm/minuto. Inyecta de 1 a 5µl de metano. La alta velocidad del registrador te permite analizar el pico resultante.

El pico de metano es muy agudo y simétrico (ver figura 1a). Si se observa coleado (figura 1b), esto es una indicación de que esta presente algo de volumen muerto en el sistema. Esto puede ser causado por una inyección incorrecta en el puerto de línea o el uso de la línea equivocada. Si haz hecho inyección en split, el radio de split también puede disminuir. Verifica las líneas y ajusta el radio de split si es necesario. Repite la prueba. Cuando se logra obtener un pico simétrico, se puede determinar la velocidad de flujo lineal y el volumen retenido.

Medición del tiempo de retención del pico de metano. El tiempo de retención t_m en segundos.

$u = L/t_m$, donde L es la longitud de la columna en cm y u es el promedio de la velocidad de flujo lineal.

La velocidad de flujo lineal se puede ajustar por el incremento o decremento de la presión del gas de arrastre hasta que el rango de esta se muestre en la tabla 4. El correspondiente volumen aproximado de la velocidad de flujo, se muestra por comparación. Todas las velocidades de flujo mostradas son para el helio. Para el hidrógeno, multiplicar por 1.8; para nitrógeno multiplicar por 0.5.

7.0 MEZCLA DE PRUEBAS.

Una vez que se ha determinado que la columna ha sido instalada apropiadamente, y que la velocidad de flujo es óptima, se puede correr una mezcla de investigación (tipo) de pruebas para evaluar el funcionamiento de la columna. Esta prueba se debe repetir periodicamente y mantener un registro en orden para asegurarse de que la columna esta trabajando apropiadamente.

Una variedad de pruebas de investigación (tipo) y mezclas, se han proporcionado en la literatura. Muchas de ellas se han encontrado por su uso común. Los alcoholes y dioles son comunmente usados para detectar la presencia de grupos silanol activos presentes en la sílica fundida o en la fase estacionaria. Las cetonas y aldehidos muestran la presencia de sitios que interactúan con ácidos de Lewis. El naftaleno es usado algunas veces para indicar sitios metálicos adsorbtivos. Se usa frecuentemente una variedad de compuestos ácidos o básicos para determinar como es una columna "neutra". Los ésteres y n-parafinas son usados para determinar la eficiencia de la columna y como marcadores de retención para calcular retenciones relativas o números de McReynolds.

Recuerde que una prueba cromatográfica que muestra sitios activos, no significa necesariamente que se trate de una mala columna. Esto muestra que hay sitios activos presentes en algún lugar en el sistema. Perhaps, la mezcla de prueba de investigación (tipo) más común es una de las propuestas por Grob (1,2). Ajusta tu cromatografo a las condiciones mostradas en el cromatograma en la figura 2. Ajusta el tamaño de muestra y el radio de split para que inyectes

de 2-6 ng de cada componente. En el caso de la mezcla estandar Grob, esta puede ser de 1 μ L, split 100:1. Esto es basado en las columnas de perforación estrechas y en los espesores normales (0.2-0.3 μ m). Para columnas de mayor perforación y películas gruesas, se pueden usar proporcionalmente más muestras y/o menor radio de split.

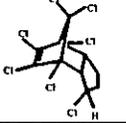
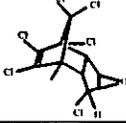
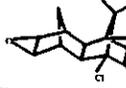
Compare la forma del pico obtenido con el cromatograma de prueba. Los picos coaleados o perdidos, indican un problema. Si los esteres o n-parafinas colean, es un indicador de volumen muerto o contaminación de la columna. Inspeccione la línea del inyector, la línea del detector y el surtidor de la flama. Reemplacela si hay fractura; límpiela si está sucia. Si no, inspeccione la columna por contaminación. Si los alcoholes o dioles colean, hay algo de actividad en tu sistema. Puedes necesitar "resilanizar" las partes de vidrio. Por favor lee el artículo de Grob para una descripción completa para la interpretación del cromatograma de la prueba de investigación (tipo).

ANEXO 3

PROPIEDADES FISICAS Y QUIMICAS Y TOXICOLOGIA DE LOS COMPUESTOS INCLUIDOS EN LOS GRUPOS DE PESTICIDAS ORGANOCLORADOS Y FENOLES.

PROPIEDADES FISICAS Y QUIMICAS DEL GRUPO DE PESTICIDAS ORGANOCLORADOS.

TABLA No. 43

COMPUESTO	PROPIEDADES FISICAS Y QUIMICAS				
	FORMULA	PM	PF (°C)	PEB (°C)	SOLUBILIDAD
HEXACLOROBENCENO*		284.78	228-231	309 a 742 mm Hg	
LINDANO		290.8	113		AGUA 10 mg/l
HEPTOCLORO		373.3	95-96	135-145	AGUA 0.056 mg/l a 25-29 °C
EPOXIDO DE HEPTACLORO		389.3	157-160		agua 0.2 mg/l a 25 °C
ENDRIN		380.9	226-230		AGUA 0.26 mg/l a 25 °C
METOXICLORO					AGUA 0.003 mg/l a 25 °C

PROPIEDADES FISICAS Y QUIMICAS DEL GRUPO DE FENOLES.

TABLA No 44

COMPUESTO	PROPIEDADES FISICAS Y QUIMICAS				
	FORMULA	PM	PF (°C)	PEB (°C)	SOLUBILIDAD
FENOL		94.11	41	182	AGUA 93 000 mg/l a 25 °C
<i>o</i> -CRESOL		108.13	30.94	191	AGUA 25 950 mg/l a 25 °C
<i>p</i> -CRESOL		108.13	34.74	201.94	AGUA 21 520 mg/l a 25 °C
2,4,5-TRICLOROFENOL		197.45	67	253	
2,4,6-TRICLOROFENOL		197.45	68	249	AGUA 800 mg/l a 25 °C
PENTACLOROFENOL		266.35	187-189	310	AGUA 14 mg/l a 20 °C

TOXICIDAD.

Fenol.

Intoxicación aguda y subaguda: Irritación severa de las vías respiratorias, ojos, piel mucosas del aparato digestivo, produciendo quemaduras y llevando al colapso y coma; convulsiones, cianosis, alteraciones hepáticas y renales.

Intoxicación crónica: Cefalía, falta de apetito, diarrea, mareos, vómitos y dificultad para tragar; dermatitis, grietas en la piel; hepatomegalia; orina oscura.

o-Cresol.

Exposición por inhalación: Tos, vértigo, dolor de cabeza, jadeo, dolor de garganta, pérdida de conocimiento, debilidad; síntomas de efectos retardados.

Exposición por la piel: Se puede absorber a través de la piel causando enrojecimiento, quemaduras cutáneas graves, sensación de quemazón y dolor.

Exposición en los ojos: Enrojecimiento, dolor, quemaduras profundas y graves.

Exposición por ingestión: Dolor abdominal, diarrea y vómitos.

p-Cresol

Exposición por inhalación: Tos, vértigo, dolor de cabeza, jadeo, dolor de garganta, pérdida de conocimiento, debilidad; síntomas de efectos retardados.

Exposición por la piel: Se puede absorber a través de la piel causando enrojecimiento, quemaduras cutáneas graves, sensación de quemazón y dolor.

Exposición en los ojos: Enrojecimiento, dolor, quemaduras profundas y graves.

Exposición por ingestión: Dolor abdominal, diarrea y vómitos.

m-Cresol

Exposición por inhalación: Tos, vértigo, dolor de cabeza, jadeo, dolor de garganta, pérdida de conocimiento, debilidad; síntomas de efectos retardados.

Exposición por la piel: Se puede absorber a través de la piel causando enrojecimiento, quemaduras cutáneas graves, sensación de quemazón y dolor.

Exposición en los ojos: Enrojecimiento, dolor, quemaduras profundas y graves.

Exposición por ingestión: Dolor abdominal, diarrea y vómitos.

2.4.5-Triclorofenol.

Efectos agudos: Perjudicial si es ingerido, inhalado, o absorbido a través de la piel. Causa irritación en los ojos y la piel.

El compuesto es irritante para las membranas mucosas y vías respiratorias. Dependiendo de la intensidad y duración de la exposición, los efectos varían desde irritación ligera hasta una severa destrucción del tejido.

La exposición causa daño a los pulmones, hígado y riñones.

El contacto prolongado causa: Daño a los ojos.

Efectos crónicos: Carcinógeno. La sobre exposición puede causar desorden (es) reproductivo (s), basado en pruebas con animales de laboratorio.

2.4.6-Triclorofenol.

Efectos agudos: Perjudicial si es ingerido, inhalado, o absorbido a través de la piel. Causa irritación en los ojos y la piel.

El compuesto es irritante para las membranas mucosas y vías respiratorias. Dependiendo de la intensidad y duración de la exposición, los efectos varían desde irritación ligera hasta una severa destrucción del tejido.

El contacto prolongado causa: Daño a los ojos.

Efectos crónicos: carcinógeno.

2.3.4.6-Tetraclorofenol.

Efectos agudos: Perjudicial si es ingerido, inhalado, o absorbido a través de la piel. Causa irritación en los ojos y la piel.

El compuesto es irritante para las membranas mucosas y vías respiratorias. Dependiendo de la intensidad y duración de la exposición, los efectos varían desde irritación ligera hasta una severa destrucción del tejido.

El contacto prolongado causa: Daño a los ojos.

Efectos crónicos: carcinógeno.

Pentaclorofenol.

Irritante: Desacoplador de la fosforilación oxidativa-Agnogénico.

Intoxicación aguda y subaguda: Irritación de la piel, ojos y vías respiratorias superiores; sudoración profunda, cefalia, debilidad, náuseas, taquicardia, taquipnea, dolores en el pecho y abdomen, fiebre, convulsiones; leucocitos; deshidratación y acidez metabólica (en los niños).

Intoxicación crónica: Pérdida de peso, hematomegalia; anemia, leucopenia, cloracné.

PLAGUICIDAS ORGANOCORADOS.

Los efectos tóxicos provocados por estos compuestos están influidos por el tiempo de exposición, que puede ser breve o prolongado; por los niveles de concentración que pueden ser desde muy bajos hasta aquellos que son incompatibles con la vida.

Una vez absorbidos, los plaguicidas organoclorados pasan a la sangre y son distribuidos por todo el organismo; se establece entonces un equilibrio de concentraciones entre los elementos grasos y proteicos constitutivos de la sangre y otros tejidos ricos en grasas, especialmente el tejido adiposo. También se pueden encontrar diferentes concentraciones entre los elementos grasos y proteicos constitutivos de la sangre y otros tejidos ricos en grasas, especialmente el tejido adiposo. También se pueden encontrar diferentes concentraciones en el hígado, riñones y otros órganos, dependiendo de la dosis absorbida.

En el cerebro, el nivel de plaguicidas organoclorados relacionado con la estimulación del sistema nervioso central, puede ser alcanzado por una dosis absorbida.

En el cerebro, el nivel de plaguicidas organoclorados relacionado con la estimulación del sistema nervioso central, puede ser alcanzado por una dosis aguda única o por dosis repetidas más pequeñas.

Los plaguicidas organoclorados son poco solubles en agua; por esto, cuando ocurre una exposición súbita a ellos, la sangre se sobresatura con los plaguicidas inalterados; el hígado metaboliza una parte de estos plaguicidas y la grasa secuestra parte de los compuestos inalterados y algunos de sus metabolitos.

En primera instancia, la acumulación de estos plaguicidas en el tejido adiposo impide que lleguen a sitios críticos del sistema nervioso. Sin embargo, cuando ocurre una movilización súbita de la grasa, como puede ocurrir en situaciones de tensión o enfermedad, estos productos se movilizan también y pueden llegar a estar en la sangre en concentraciones suficientes para causar signos de intoxicación aguda.

Los plaguicidas organoclorados también atraviesan la barrera placentaria y se encuentran en concentraciones importantes en el feto, aunque la placenta retiene una parte del DDT otra parte de concentración apreciable llega a él.

Los plaguicidas organoclorados se metabolizan lentamente en el hígado, en donde un proceso de transformación metabólica que es catalizado por las enzimas de la fracción microsomal del retículo endoplásmico hepático.

Los efectos crónicos de los plaguicidas organoclorados son muy sutiles y usualmente, son producidos por la exposición prolongada a niveles bajos de concentración de estos plaguicidas.

Los efectos quizás no aparezcan como toxicidad aguda, pero, en cambio, podrían aparecer como dificultades reproductivas, desórdenes nerviosos, daños en algún órgano, carcinogenicidad, mutagenicidad y teratogenicidad, entre otros.

Como resultado de pruebas en animales, se ha demostrado que algunos de los plaguicidas organoclorados que se han empleado generalizadamente en años anteriores tienen potencial carcinogénico; la evidencia ha sido principalmente el incremento de tumores en el hígado de ratones expuestos a dosis relativamente elevadas de estos productos.

Manifestaciones clínicas:

Las manifestaciones clínicas incluyen el conjunto de signos y síntomas que aparecen como respuesta del organismo a la acción tóxica de estos agentes químicos.

Una clasificación práctica de las intoxicaciones es la que se basa en la duración de la exposición, distinguiéndose dos tipos fundamentales de ellas: las agudas y las crónicas.

Intoxicación aguda:

En la intoxicación aguda, el cuadro principal y más graves son las convulsiones, las cuales pueden determinar secuelas permanentes.

Se ha descrito el comienzo de los síntomas 30 minutos después de una exposición masiva , pero, en general, aparecen más lenta mente.

Algunos autores citan que de 1 a 6 horas es el tiempo promedio de aparición de los primeros síntomas; sin embargo el cuadro clínico puede modificarse debido a los efectos concurrentes de los disolventes orgánicos utilizados en la formulación.

Después de la ingestión de plaguicidas organoclorados, los primeros síntomas son náuseas y vómitos seguido de cefalea y excitación; estos síntomas van acompañados de diversos signos neurológicos, incluso debilidad de los músculos, temblores, desorientación mental, parestesia y convulsiones que, a menudo son epileptiformes. Sin embargo, cuando la vía de penetración es la piel, pueden aparecer solamente confusión mental y/o temblores como únicos síntomas.

Los plaguicidas organoclorados más poderosos como convulsivantes son : lindano, endrín, dieldrín, clordano y heptacloro.

A veces, cuando las convulsiones hacen su aparición sin previo aviso, se producen fracturas de huesos o mordeduras de la lengua.

También suelen aparecer trastornos respiratorios y del ritmo cardíaco, de origen central; inicialmente, la respiración se acelera pero, a menudo, pueden sobrevenir depresión y apnea; con frecuencia esto conduce a la cianosis y a la muerte por insuficiencia respiratoria.

La depresión respiratoria puede ser causada por los plaguicidas organoclorados pero, también, por los compuestos derivados del petróleo que se utilizan como disolventes en las formulaciones.

La exposición a formulaciones que se vaporizan puede producir irritación de los ojos, nariz y garganta; estos síntomas desaparecen al suspenderse la exposición.

Como elementos adicionales se pueden ver disminución en la hemoglobina, aumento en la urea, leucocitosis moderada y alteraciones en el electrocardiograma.

Los efectos subagudos de los plaguicidas producen, inicialmente, síntomas menos graves pero, de continuar la exposición, pueden desembocar en una intoxicación grave.

Los efectos subagudos en la intoxicación por plaguicidas organoclorados pueden producir síntomas poco específicos y manifestarse como malestar general, fatiga, dolores de cabeza y algunos trastornos gastrointestinales. Además, dosis moderadas de estos plaguicidas pueden causar alteraciones mentales y sensoriales, así como fracturas y fibrilaciones, sin que lleguen a producir convulsiones.

Intoxicación crónica:

La intoxicación crónica es más sutil; usualmente se produce por exposición prolongada (a largo plazo) a concentraciones bajas de diversos productos, en este caso los plaguicidas organoclorados. En ocasiones, los efectos se observan como dificultades respiratorias, desórdenes nerviosos o tumores. En general, el cuadro clínico de la intoxicación crónica por plaguicidas organoclorados se caracteriza por anorexia, adelgazamiento, signos polineuríticos, alteraciones hepáticas, trastornos del ritmo cardíaco, lesiones oftalmológicas tales como conjuntivitis alérgica, blefaritis, angiopatía de la retina y otros.

La intoxicación crónica produce lesiones sobre el sistema nervioso central y periférico; además puede provocar también hepatitis, gastritis y bronquitis. La inhalación de estos compuestos puede provocar neuritis retrobulbar.

Estos plaguicidas pueden causar dermatitis y dermatosis por sensibilización, aunque, con mayor frecuencia éstas son debidas a los disolventes orgánicos de las formulaciones; tales lesiones se han informado, principalmente, en la exposición al lindano.

Hexaclorobenceno.

Intoxicación aguda y subaguda: porfiria cutánea tercia adquirida; fotosensibilidad, hiperpigmentación; caída del cabello, atrofia de la piel, pérdida de peso, hepatomegalia, coloración vino de la orina (en ingestión de alimentos contaminados).

Lindano.

Exposición por inhalación: Diarrea, vértigo, dolor de cabeza, náusea, vómitos, debilidad, temblores, convulsiones.

Exposición por la piel: Puede absorberse a través de la piel causando enrojecimiento e irritación benigna.

Exposición en los ojos: Quemaduras.

Exposición por ingestión: Causa los mismos efectos que por la exposición de inhalación.

Heptacloro.

Puede ser fatal si es inhalado, ingerido o absorbido a través de la piel.

La exposición causa: Temblores, convulsiones, daños al riñón, colapso respiratorio y muerte.

Efectos crónicos: Carcinógeno.

Organo(s) dañado(s): Sistema nervioso central e hígado

Époxido de heptacloro.

Puede ser fatal si es inhalado, ingerido o absorbido a través de la piel.

La exposición causa: Temblores, convulsiones, daños al riñón, colapso respiratorio y muerte.

Efectos crónicos: Carcinógeno.

Organo (s) dañado (s): Sistema nervioso central e hígado

Endrin.

Efectos agudos: Puede ser fatal si es inhalado, ingerido, o absorbido a través de la piel.

Causas por la exposición: Debilidad, náusea, tirón muscular y hormigueo en los miembros, sordera y confusión mental, convulsiones, acompañado algunos días por contracciones musculares violentas y períodos de inconsciencia también pueden ocurrir.

Efectos crónicos: contiene un isótopo radioactivo que produce cáncer y mutación genética.

Organos dañados: nervioso e hígado.

Metoxicloro.

Intoxicación aguda: Perjudicial si se ingiere, inhala, absorbe a través de la piel, puesto que puede causar irritaciones.

ANEXO 4

DEFINICIONES.

ADICIONADOS:- Los adicionados son sustancias que se agregan a la muestra para observar las interferencias de la matriz de la muestra y también para observar los porcentos de recobro.

ALICUOTA: Una porción medida de una muestra y que se toma para análisis.

AMBIENTE: Condiciones circundantes o usuales de temperatura, humedad, etc.

ANALITO: El elemento, compuesto o ion de interés y que se busca para ser determinado.

AUTOCERO: Trabajar con autocero encendido es equivalente a correr un blanco de estándar con la señal del detector colocada a cero.

BLANCO: Un blanco es la muestra artificialmente diseñada para monitorear la introducción de artefactos dentro del proceso. Para muestras acuosas se utiliza agua desionizada como un blanco de matriz, sin embargo, no existe un blanco universal para matrices provenientes de muestras solidas, pero en ocasiones utiliza tierra limpia como blanco de matriz. La composición del blanco se determina apropiadamente, a través seguimiento de todos los pasos del procedimiento metodológico.

BLANCO DEL METODO: Es un control analítico compuesto de todos los reactivos, estándares internos y estándares surrogados, que es sometido al procedimiento metodológico y que es usado para definir el nivel de contaminación de los reactivos y laboratorio.

B/N/A: Compuesto base, neutro o ácido extractables.

CALIBRACION: Establecimiento de una curva tipo basada en la medida de una propiedad característica (que depende del tipo de detector) de estándares certificados y que se determina usando una serie de soluciones de concentración conocida del estándar, que cubre el rango esperado en la muestra por analizar.

CARACTERIZACION: Determinación del rango de concentración aproximada de los compuestos de interés, usada para la elección del protocolo de análisis apropiado.

COEFICIENTE DE CORRELACION: El número r , que indica el grado de dependencia entre dos variables (concentración vs respuesta del detector). Mientras mayor sea la dependencia entre estas variables, más cercano es el valor a la unidad. Se determina en base al método de mínimos cuadrados.

DUPLICADO: Una segunda alícuota de una muestra que es tratada de igual forma que la muestra original, a fin de determinar la precisión del método.

ERROR DEL TIPO I: También conocido como error α , es la probabilidad de decidir si un constituyente está presente en la muestra aún cuando realmente esta ausente.

ERROR TIPO II: También llamado error β , es la propiedad de no detectar un constituyente cuando en realidad esta presente.

ESTANDAR DE COMPROBACION DE CALIBRACION: Solución de un estándar certificado usada para determinar el estado de calibración del instrumento, entre calibraciones periódicas. Un estándar de comprobación de calibración debe ser analizado en cada grupo analítico de muestras o cada 20 muestras.

ESTANDARES DE CALIBRACION: Una serie de soluciones de estándares certificados usados por el analista para la calibración del instrumento (preparación de una curva analítica).

ESTANDAR (ES) INTERNO (S): Compuesto (s) adicionado (s), en concentración conocida, fija y antes del análisis a todos los estándares de referencia, blancos, muestras problema, muestras extraídas, muestras duplicadas. El (los) estándar (es) interno (s) es usado como base para la cuantificación de los análisis de interés.

ESTANDAR (ES) SURROGADO (S) O SUBSTITUTO (S): Compuesto (s) orgánico (s) puros, de naturaleza química, cromatográfica y extractiva similar al análisis de interés, que normalmente no se encuentra en las muestras ambientales. Estos compuestos son adicionados en todos los blancos, estándares de calibración, estándares de comprobación y muestras (incluyendo duplicados y muestras de control), antes de su procesamiento y análisis. Permiten determinar la eficiencia del método al calcular los porcentos de recuperación.

EXACTITUD: La Exactitud es una medida de la cercanía, de un resultado o del valor promedio de un grupo de resultados, a el valor verdadero. Es evaluada por medio de estándares de referencia y por cientos de recuperación.

INTERFERENCIA: Sustancia que afecta el análisis del análisis de interés.

LIMITE DE CUANTIFICACION (LC): Concentración de una solución de un estándar certificado que produce una señal lo suficientemente mayor al blanco y que puede ser detectada con los límites especificados durante operaciones rutinarias en un buen laboratorio. Típicamente es aquella concentración que produce una señal 10 \times por arriba de la señal producida por el blanco.

LIMITE DE CUANTIFICACION DEL METODO (LCM): Concentración mínima de una sustancia que puede ser medida y reportada por el método de análisis usado.

LIMITE DE DETECCION DEL INSTRUMENTO (LID): Es el valor determinado por multiplicar por 3 la desviación estándar obtenida en el análisis de una solución de un estándar certificado a una concentración de 3X-5X LID en tres días no consecutivos y con 7 medidas consecutivas por día.

LIMITE DE DETECCION DEL METODO (LDM): Concentración de una solución de un estándar certificado que cuando se procesa a través del método completo, produce una señal con 99% de probabilidad de que es diferente del blanco. Para 7 réplicas de una muestra, la medida debe estar 3.14 \times por arriba de la señal producida por el blanco y donde "s" es la desviación estándar de las 7 réplicas. El LDM es mayor que el LID debido al uso de pocas réplicas y a que los pasos de procesamiento de la muestra pueden variar con los constituyentes y la matriz.

LIMITE INFERIOR DE DETECCION (LID): Concentración de una solución de un estándar certificado que produce una señal 2 (1.645) \times por arriba de la señal promedio producida por un blanco de análisis. Permite establecer tanto el error tipo I como el error de tipo II a un valor del 5%. Otro nombre para este término es el límite de detección.

LOTE ANALITICO: La unidad básica para el control analítico de la calidad es el grupo o lote analítico. Se define como un grupo de muestras analizadas en forma conjunta con la misma secuencia metodológica, el mismo lote de reactivos y con procedimientos comunes a cada muestra (dentro del mismo período de tiempo o en períodos de tiempo secuenciales y continuos). Las muestras integrantes de un grupo analítico deben ser similares en composición (e.g. suelo, agua, residuos sólidos, cenizas, etc.)

MATRIZ: Material predominante del cual esta compuesto la muestra que se analizará. La matriz no es sinónimo de fase (líquido o sólido).

MUESTRA: Porción de materia que será analizada y que esta contenida en un sólo o múltiples contenedores y que es identificada por un único número de muestra.

MUESTRA AMBIENTAL: Una muestra ambiental o muestra de campo es una muestra representativa de cualquier material (acuoso, no acuoso o multimedia) colectando de cualquier fuente para determinar composición y/o contaminación. Las muestras ambientales son generalmente clasificadas de la siguiente manera: Agua para beber (tratada o no tratada y deliberadamente designada como agua potable), desechos acuosos o agua de desecho (fuente de agua no refinada para suministro público de riego, agua subterránea, efluentes o influentes (municipales o industriales), sedimentos (municipales e industriales), desechos (líquidos de desecho, acuosos o no acuosos, sólidos químicos, suelos contaminados, desechos líquidos y sólidos industriales).

MUESTRA ANALITICA: Cualquier solución introducida en el instrumento para su análisis, excluyendo soluciones para: calibración del instrumento, verificación de calibración, blanco de calibración. De tal forma que todas las soluciones que se menciona a continuación, se definen como muestras analíticas: muestras problema diluidas y no diluidas, muestras predigeridas y postdigeridas, duplicados de muestras, muestras con diluciones en serie, blancos de reactivos, muestras adicionadas de estándar.

MUESTRAS DUPLICADAS: 2 muestra separadas tomadas de la misma fuente (ejemplo, muestreadas en contenedores diferentes y analizadas independientemente)

NA, ND: No aplicable, no disponible o no determinada.

NUMERO DE MUESTRA Identificación única diseñada por la PROFEPA para cada muestra. Número que aparece en el reporte, movimiento de la misma y que la documenta en forma completa.

PRECISIÓN: Es la concordancia entre un conjunto de medidas provenientes de réplicas sin el previo conocimiento del valor verdadero. La precisión es evaluada por el análisis de muestras duplicadas o réplicas.

PROTOCOLO: Descripción del procedimiento exacto que se seguirá con respecto a la recepción de una muestra: su manejo, método de análisis, reporte final de datos y control de documentación.

PURGA Y TRAMPA: Técnica Analítica (equipo) usado para aislar compuestos orgánicos volátiles (purgables) los compuestos se extraen de agua o sedimento por medio de una corriente de gas inerte, atrapándolos posteriormente en un adsorbente (polímero poroso), desorbiendolos térmicamente y conduciéndolos a una columna de un cromatografo de gases.

REPLICA: Repetición de una operación dentro de un procedimiento analítico. Dos o más análisis para el mismo constituyente en el extracto de una sólo muestra.

6. BIBLIOGRAFIA.

- 1.- Galbert Lilia America y Aldana Torres Porfirio; Métodos Analíticos de Toxicología Ambiental; Instituto Nacional de Recursos Bióticos (INIREB); Jalapa Veracruz México 1981.
- 2.- Nava cristina y Gleaso Silvia. Residuos Peligrosos; Instituto Nacional de Ecología (SEDESOL); México, D.F. 1993.
- 3.- Organo Constitucional de los Estados Unidos Mexicanos; Diario Oficial de la Federación; Secretaría de Desarrollo Social; México D.F. 1993.
- 4.- Suffet, J.H.; Organic pollutants in water; Murugan Malai-Yandi; México D.F. 1987.
- 5.- Riezue Soniassy, Pat Sandra, Claus Schlett; Water Analysis (Organic Micropollutants); Hewlett Packard; México D.F. 1994.
- 6.- American Society for Testing and Materials; Spectroscopy, Chromatography, Computerized System; Annual Book of ASTM Standards, Part.42, Analytical Methods, Easton, Md., USA 1980.
- 7.- APHA-AWWA-WPCF; Métodos normalizados para el análisis de aguas potables residuales; Eds. Diaz Santos; Madrid, 1992.
- 8.- Método EPA 3510B; Separatory Funnel Liquid-Liquid; Revisión 2; Noviembre 1990; Volumen uno sección B; EPA SW-846.
- 9.- Método EPA 3520, Extracción Continua líquido-líquido; Revisión 0; Noviembre 1990; Volumen uno sección B; EPA SW-846.
- 10.- Método EPA 3540B, Extracción Soxhlet; Revisión 2; Noviembre 1990; Volumen uno sección B; EPA SW-846.
- 11.- Método EPA 3620A, Florisil Column Cleanup; Revisión 1; July 1992; Volumen uno sección B; EPA SW-846.
- 11.- Waldemar F. Almeida; Métodos prácticos para la detección de residuos de plaguicidas; Centro panamericano de ecología humana y salud; Brasil, 1987.
- 12.- Muñoz Marquez Cuauhtemoc; Métodos de Separación; Editorial Limusa; México D.F. 1981.
- 13.- M.V. Dabrio Banuls; Cromatografía de gases; Editorial Alambra S.A.; Madrid 1973.
- 14.- Perkin Elmer Company; Cromatografía de gases; Manual de Curso Básico; México D.F., 1997.
- 15.- Perkin Elmer Company; Gas Chromatography, AutoSystem XL, User's Manual; México D.F., 1997.
- 16.- Wagner E. Robert and Yogis Gregory A.; Guide to Environmental Analytical Methods; Genium Publishing Corporation; 1992.
- 17.- Método EPA 8040; Fenoles; Revisión 0; Noviembre 1990; Volumen uno sección B; EPA SW-846.

- 18.- Método EPA 8081; Organochlorine Pesticides and PCBs as Aroclors by Gas Chromatography; Capillary Column Technique; Revisión 0; Noviembre 1990; Volumen uno sección B; EPA SW-846.
- 19.- Hewlett Packard; Analysis of Pesticides by gas Chromatography and Electron Capture Detector; Método 8080B Organochlorine Pesticides and PCBs as Aroclors by Gas Chromatography; Revisión 2 (Waldbronn Analytical Division, Liquid Chromatography ENV204)
- 20.- Hewlett Packard; Analysis of Pesticides by gas Chromatography and Electron Capture Detector; Método 508, Determination of chlorinated Pesticides in Water By Gas Chromatography With and Electron Deterctor; Revision 3; Environmental Monitoring Systems Laboratory Office of research and development U.S. Environmental Protection Agency Cincinnati , Ohio.
- 21.- McEldowney, Sharro, Hardman, David j., Waite, Stephen.; Pollution: Ecology and Biotreatment; Longman Scientific & Technical. 1993.
- 22.- La Grega, Michael D., Buckingham, Phillip L., Evans, Jeffrey C. The Environmental Resources Management Group; Hazardous Waste Management; Mc. Graw-Hill; 1994.
- 23.- Lyman, Warren J., Rechl, William F., Rosablatt, Davis H.; Handbook of Chemical Property Estimation Methods (Environmental Bahaviokur of Organic Compound); American Chemical Society; Washington Dc.; 1990.
- 24.- Lawrence H. Keith, Ann Arbor; Advances in the Identification and Analysis of Organic Pullutants in Water; Science; 1981.
- 25.- Science; Journal of Chromatographic; Vol. 21; Agust, 1983.
- 26.- Science; Journal of Chromatographic; Vol. 20; June, 1982.
- 27.- Instituto Nacional de Investigaciones sobre Recursos Bióticos; Métodos Analíticos de la Toxicología Ambiental; manual para la determinación de residuos de plaguicidas; Xalapa, veracruz, México, Septiembre 1981.
- 28.- London E. Arnold; Pesticides Chemical and Health; 1992.
- 29.- Wayland J. Hayes, Laws Edgar R.; Handbook of Pesticide Toxicology; San Diego California Academic; 1991.
- 30.- Aria Verdes José Antonio y Cols.; Plaguicidas organoclorados. Editorial Centro Panamericano de Ecología Humana y Salud y Programa de Salud Ambiental. Edo. de México 1990.
- 31.- R.A.Day, JR.: A.L. Underwood; Química Analítica; Editorial Prentice Hall Hispanoamericana, S.A.; México, D.F. 1989.
- 32.- Gordon, A.J. y R.A. Ford, The Chemist's Companion: A Handbook of Practical Data, Techiques y References (New York: JohnWiley y Sons, Inc.), pp. 372, 374 y 375, 1972.
- 33.- Florisin of ITT System Florisil: Properties, Aplication, Bibliography, Pittsburgh, Pennsylvania, 5M381DW.
- 34.- Mill, P.A., "Variation of Florisil Activity; Simple Method for Measurung Absorbent Capacity and its use in Standarzing Florisil Columns", J. ofthe Association of Official Analytical Chemists, 51, 29, 1968.