

Determinación de compuestos orgánicos volátiles en suelos y sedimentos

Uso de una plataforma combinada Agilent con muestreador de espacio de cabeza 7697A, GC 8890 y GC/MSD 5977B

Autor

Zhang Jie
Agilent Technologies Co. Ltd
Shanghai

Resumen

La detección precisa de compuestos orgánicos volátiles (VOC) en suelos y sedimentos contaminados tiene una importancia especial. El Ministerio Chino de Protección Medioambiental ha desarrollado un método GC/MS de espacio de cabeza, el HJ642-2013, para el análisis de VOC en suelos y sedimentos. Esta nota de aplicación ha seguido el método chino HJ642-2013 y ha demostrado el excelente rendimiento de los instrumentos en la plataforma combinada Agilent de espacio de cabeza 7697A, GC 8890 y MSD 5977B para el análisis dirigido.

Introducción

Los VOC se definen como aquellos que tienen puntos de ebullición entre 50 y 260 °C en condiciones normales de presión atmosférica. Se utilizan en muchas industrias como disolventes o intermediarios químicos. Los VOC como el tricloroetano y el tolueno suelen ser motivo de preocupación en los vertederos de residuos peligrosos que contienen suelos y sedimentos contaminados. Puesto que la descontaminación del emplazamiento es costosa, las decisiones relativas a la relevancia de la contaminación y la limpieza deben fundamentarse en una medida precisa de los VOC.

Para el análisis de los VOC en el suelo y en los sedimentos se utiliza el método de espacio de cabeza o el de purga y trampa, en función de la concentración de la muestra. El método de espacio de cabeza se caracteriza por un funcionamiento sencillo y una buena reproducibilidad. Permite el uso de un muestreador automático y produce poco arrastre.

El método 5021¹ de la US EPA ofrece directrices para la preparación de VOC en suelos y sedimentos mediante un método de espacio de cabeza. La cromatografía de gases/espectrometría de masas (GC/MS) puede utilizarse para analizar la muestra preparada, tal como se menciona en el método 8260 de la EPA. La norma HJ642-2013² la utiliza el Ministerio Chino de Protección Medioambiental para la determinación de 36 VOC en suelos y sedimentos por medio del GC/MS en espacio de cabeza. El HJ 741-2015³ también prescribe la técnica de espacio de cabeza como método de preparación de muestras. Tanto los métodos de la EPA como los chinos requieren una preparación efectiva de las muestras y una plataforma de instrumentos fiable que permita realizar análisis dirigidos.

La HES es un diseño revolucionario en la generación de iones, que produce un rendimiento mayor de corriente iónica y un límite de detección más bajo⁴. En esta nota de aplicación, se analizaron los VOC en arena de cuarzo limpia y en muestras de suelo marcadas mediante una nueva plataforma combinada, consistente en un muestreador de espacio de cabeza 7697A con un GC 8890 y un GC/MSD 5977B con HES, de acuerdo con el método HJ642-2013. Se evaluaron la linealidad, la reproducibilidad, los límites de detección (LOD), los límites de cuantificación (LOQ) para los 36 VOC diana y la precisión del método con el fin de demostrar las posibilidades que ofrece este nuevo sistema.

Experimento

Productos químicos y patrones

Solución madre: se preparó una solución madre de una mezcla de 36 VOC a 1.000 mg/l en metanol. Se obtuvo una solución madre de patrón de calibración interno a una concentración de 2.000 mg/l en metanol. Los patrones de calibración internos fueron fluorobenceno, clorobenceno-d₅ y 1,2-diclorobenceno-d₄. Se prepararon patrones de sustitución a una concentración de 2.000 mg/l en metanol; el tolueno-d₈ y el 4-bromofluorobenceno se utilizan como sustitutos.

Modificador de matriz: se ajustaron 500 mililitros de agua sin compuestos orgánicos a pH ≤2 mediante gotas de ácido fosfórico, y se saturó con cloruro sódico de calidad analítica.

Solución de trabajo: se mezcló la solución madre de 36 VOC y la solución madre de sustitución con 10 y 1 mg/l de solución de trabajo en metanol. La solución madre de los patrones de calibración internos se diluyó a 100 y 10 mg/l en metanol.

Preparación de los patrones de calibración:

se añadieron 10 mililitros de modificador de matriz y 2 g de arena de cuarzo a un vial para espacio de cabeza de 20 ml. Se enriqueció el modificador rápidamente con alícuotas de soluciones de trabajo de la mezcla de 36 VOC y sustitutos (10 mg/l) con patrones de calibración internos. Se sellaron los viales inmediatamente después del enriquecimiento. Los patrones de calibración finales se prepararon a 2, 5, 10, 20, 50 y 100 µg/l, y los patrones internos a 50 µg/l para todos los niveles de concentración.

Para una prueba de muestras de baja concentración, se prepararon los patrones de calibración en 10 ml de modificador a 0,05, 0,1, 0,2, 0,5, 1, 2 y 5 µg/l, con patrones internos a 5 µg/l.

Instrumentos y condiciones analíticas

El GC 8890 estaba equipado con un inyector Agilent split/splitless. El muestreador de espacio de cabeza 7697A de 111 viales se utilizó para la inyección de gas desde el espacio de cabeza del vial incubado hasta el GC. Se utilizó una conexión de flujo a través de un séptum de inyector para la introducción de gas en el inyector. Se utilizó el GC/MSD 5977B configurado con una HES para la generación, el barrido y la detección de iones.

Para la adquisición de datos se utilizó el software de adquisición Agilent MassHunter versión 10.0. Para el análisis de los datos se utilizaron los programas MassHunter Qualitative Analysis versión B.08.00 y MassHunter Quantitative Analysis versión B.08.00. En la Tabla 1 se enumeran las condiciones analíticas.

Resultados y comentarios

De acuerdo con la norma HJ 642-2013, el rendimiento del MSD debe comprobarse diariamente para garantizar la validez y fiabilidad de los datos de la MS. El MSD se sintonizó de forma autónoma mediante la selección del modo de **sintonía HES**. Se inyectó un microlitro de la muestra de BFB de 25 µg/ml a fin de verificar la conformidad del resultado de la sintonía con el requisito de la norma HJ642-2013. En la Tabla 2 se muestra el resultado de la evaluación de la sintonía.

Tabla 1. Condiciones analíticas del muestreador de espacio de cabeza 7697A, el GC 8890A, y el GC/MSD 5977B.

Parámetro	Valor programado
Temperatura del inyector	250 °C
Liner	Ultrainerte, 1 mm de d.i. (ref. 5190-4047)
Flujo de la columna	Flujo constante: 1,2 ml/min
Relación de split	10:1
Programa del horno	40 °C (2 minutos), 8 °C/min hasta 90 °C (4 minutos), luego 6 °C/min hasta 200 °C (10 minutos)
Columna	DB-624, 60 m × 0,25 mm, 1,4 µm (ref. 122-1364)
Línea de transferencia de MSD	200 °C
Fuente MS	230 °C/300 °C (300 °C es para la muestra de baja concentración)
Cuadrupolo espectrómetro de masas	150 °C
Rango de barrido de masas	m/z de 35 a 300
Umbral	0
Muestras A/D	4
Factor de ganancia	0,1/1 (FG 1,0 es para la muestra de baja concentración)
Tamaño de loop de 7697A	1 ml
Gas de presurización de vial	He
Temperatura de loop de HS	100 °C
Temperatura del horno de HS	80 °C
Temperatura de la línea de transferencia de HS	110 °C
Tiempo de equilibrio del vial	35 minutos
Tamaño del vial	20 ml, séptum de PTFE/silicona
Agitación del vial	Nivel 7, 136 agitaciones/min con una aceleración de 530 cm/S ²
Modo de llenado del vial	Predeterminada
Presión de llenado del vial	15 psi
Modo de llenado del loop	Personalizado
Velocidad de rampa de loop	20 psi/min
Presión final de loop	9 psi
Tiempo de equilibrio de loop	0,1 minutos
Modo de control del portador	Controles para portador de GC
Venteo después de la extracción	Activo

Tabla 2. Evaluación de la conformidad de los resultados de la sintonía del MSD HES.

Masa diana	Relativo a masa	Límite inferior, %	Límite superior, %	Abundancia relativa (%)	Abundancia en bruto	Supera/ No supera
95	95	100	100	100	677.753	Supera
96	95	5	9	7,2	48.518	Supera
173	174	--	2	0	0	Supera
174	95	50	--	84,6	573.269	Supera
175	174	5	9	7,9	45.371	Supera
176	174	95	105	98	561.620	Supera
177	176	5	10	6,9	38.635	Supera

Los datos del MSD se adquirieron en modo SIM. La Figura 1 muestra las trazas del TIC SIM para los patrones de 20 µg/l en 10 ml de modificador de matriz y 2 g de arena de cuarzo.

La HJ642-2013 emplea un método de cuantificación de patrón interno, por lo que la reproducibilidad y la linealidad del instrumento se verifican en función de los resultados de la cuantificación de la concentración y no de la respuesta absoluta de los analitos diana. Se realizaron seis análisis

consecutivos de patrones de calibración a 20 µg/l. El porcentaje de DER de las concentraciones detectadas para 38 VOC se situó entre el 1,7 y el 4,6 %, con una excepción, el estireno, cuyo porcentaje de DER fue del 7 %, lo que demostró una excelente precisión en la cuantificación.

Tabla 3. Linealidad del instrumento, LOD, precisión e índice de recuperación bajo condiciones normales de funcionamiento del HES-MSD.

Nombre	TR/min	Fórmula de CF	R ² de CF	%DER de concentración	LOQ (µg/kg)	LOD (µg/kg)	Índice de recuperación	
							20 µg/l	40 µg/l
Cloruro de vinilo	5,034	y = 0,101690 * x + 6,290804E-004	0,996	2,2	4,8	1,4	112,5 %	107,1 %
1,1-dicloroetano	7,327	y = 0,276991 * x - 3,581275E-004	0,998	2	4,0	1,2	111,5 %	106,8 %
Cloruro de metileno	8,07	y = 0,207358 * x + 0,002525	0,996	2,2	5,1	1,5	102,3 %	104,3 %
trans-1,2-dicloroetano	8,503	y = 0,287113 * x + 0,001344	0,997	2,1	4,1	1,2	100,6 %	100,3 %
cis-1,2-dicloroetano	10,136	y = 0,276668 * x - 1,884161E-004	0,999	2,2	3,8	1,1	99,4 %	101,0 %
1,1-dicloroetano	9,175	y = 0,484499 * x + 0,002331	0,997	2,1	3,7	1,1	109,9 %	106,8 %
Cloroformo	10,672	y = 0,445198 * x + 0,007469	0,996	2	4,2	1,3	110,0 %	105,7 %
1,1,1-tricloroetano	11,109	y = 0,491543 * x + 0,001691	0,998	1,7	3,6	1,1	107,4 %	105,8 %
Tetracloruro de carbono	11,454	y = 0,455046 * x + 0,001120	0,998	1,8	4,0	1,2	104,6 %	103,5 %
1,2-dicloroetano	11,874	y = 0,255379 * x + 0,011468	0,996	2,1	4,9	1,5	110,4 %	105,5 %
Benceno	11,878	y = 1,042873 * x + 0,004004	0,998	2,2	3,5	1,0	106,0 %	104,6 %
Tricloroetano	13,272	y = 0,411061 * x - 0,001326	0,999	2	3,9	1,2	103,0 %	104,3 %
1,2-dicloropropano	13,824	y = 0,306996 * x - 0,002118	0,999	2,2	3,3	1,0	107,5 %	107,9 %
Bromodichlorometano	14,416	y = 0,378155 * x - 0,002188	0,999	2,1	4,1	1,2	106,6 %	106,4 %
Tolueno	16,37	y = 0,889250 * x - 0,010461	0,999	2,3	4,2	1,2	101,7 %	104,9 %
Tolueno-d ₈	16,201	y = 1,206994 * x - 0,010969	0,998	2,3	4,1	1,2	101,0 %	105,1 %
1,1,2-tricloroetano	17,348	y = 0,190979 * x - 6,646855E-004	0,999	1,9	4,6	1,4	107,4 %	105,8 %
Tetracloroetileno	17,779	y = 0,389153 * x + 1,166931E-004	0,999	2	3,9	1,2	100,3 %	100,0 %
Dibromoclorometano	18,404	y = 0,216751 * x - 0,002372	0,999	2	4,9	1,5	100,3 %	101,7 %
1,2-dibromoetano	18,756	y = 0,135619 * x - 8,135818E-004	0,999	1,9	4,8	1,5	102,0 %	101,8 %
Clorobenceno	20,014	y = 0,990760 * x - 0,002667	0,999	2,2	3,8	1,1	99,1 %	99,3 %
Etilbenceno	20,266	y = 3,093411 * x - 0,049524	0,998	2,7	3,7	1,1	109,0 %	114,1 %
1,1,1,2-tetracloroetano	20,199	y = 0,649519 * x - 0,006668	0,999	1,9	5,0	1,5	116,0 %	115,7 %
m,p-xileno	20,569	y = 2,458761 * x - 0,043076	0,997	2,8	4,2	1,3	108,6 %	114,2 %
Estireno	21,663	y = 1,726545 * x - 0,067283	0,995	7	8,1	2,4	81,0 %	91,3 %
o-xileno	21,637	y = 1,235302 * x - 0,031450	0,998	2,9	3,9	1,2	100,5 %	110,5 %
Bromoformo	22,187	y = 0,239708 * x - 0,004527	0,998	2	6,8	2,0	104,5 %	106,4 %
4-bromofluorobenceno	23,032	y = 0,952233 * x - 0,016871	0,999	2,4	3,9	1,2	94,6 %	101,4 %
1,2,3-tricloropropano	23,523	y = 0,490147 * x - 0,002929	0,999	2,1	6,2	1,9	119,1 %	114,8 %
1,1,2,2-tetracloroetano	23,375	y = 0,606064 * x - 0,007174	0,999	2	6,1	1,8	113,4 %	111,8 %
1,3,5-trimetilbenceno	24,162	y = 2,577696 * x - 0,080450	0,996	3,6	5,0	1,5	89,5 %	100,5 %
1,2,4-trimetilbenceno	25,17	y = 2,492454 * x - 0,083100	0,996	4,6	4,0	1,2	86,8 %	99,1 %
1,3-diclorobenceno	25,951	y = 1,545224 * x - 0,011240	0,999	2,4	4,2	1,3	97,0 %	97,5 %
1,4-diclorobenceno	26,181	y = 1,547282 * x - 0,007234	0,998	2,3	4,7	1,4	96,4 %	96,3 %
1,2-diclorobenceno	27,18	y = 1,415233 * x - 0,010719	0,999	2,5	4,1	1,2	98,1 %	97,9 %
1,2,4-triclorobenceno	31,399	y = 1,102990 * x - 0,011530	0,998	2,9	4,7	1,4	82,1 %	80,1 %
Hexaclorobutadieno	31,854	y = 0,825483 * x - 3,454680E-004	0,998	2,9	4,0	1,2	84,2 %	73,6 %

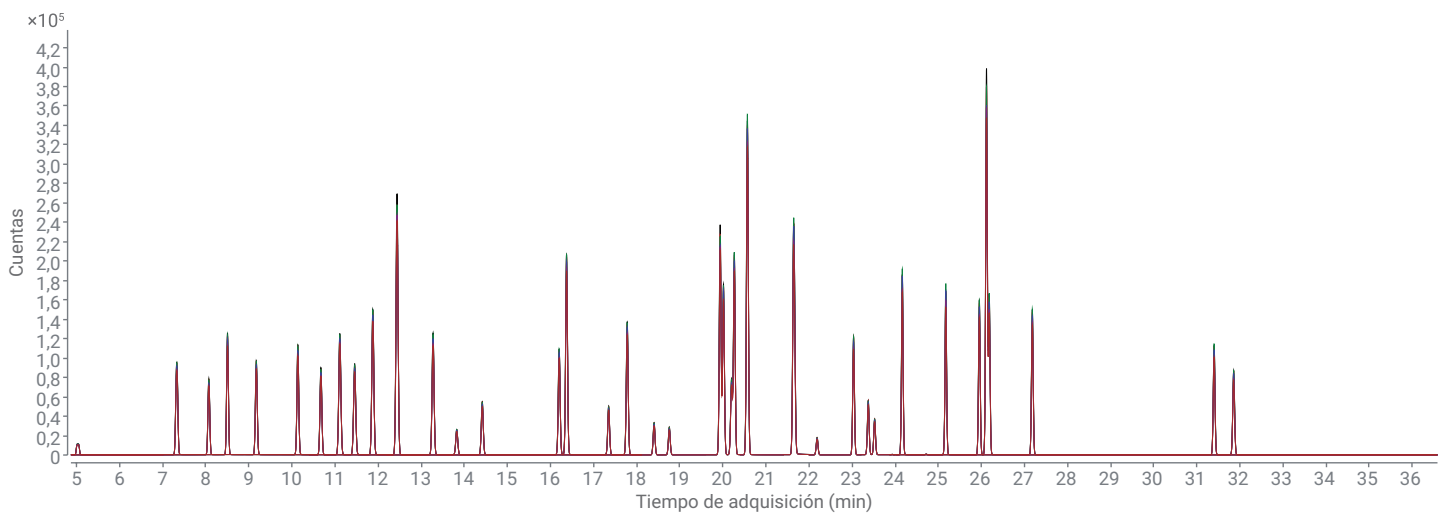


Figura 1. Superposición de trazas TIC SIM para seis réplicas de muestras de 20 µg/l.

La linealidad del instrumento se evaluó en el rango de concentración de 2 a 100 µg/l en 10 ml de modificador de matriz, lo que corresponde a entre 10 y 500 µg/kg en muestras reales. Todos los componentes diana mostraron una buena linealidad, con coeficientes (R²) de la fórmula de regresión lineal superiores a 0,995.

La recuperación del método se evaluó mediante el enriquecimiento con 20 y 50 µl de patrones de calibración de 10 mg/l en 2 g de muestras reales de suelo (correspondientes a 100 y 250 µg/kg de VOC en la muestra de suelo). Se analizó la muestra de suelo sin enriquecimiento y luego se utilizó la diferencia entre la muestra con enriquecimiento y la muestra sin enriquecimiento para el cálculo del índice de recuperación. El índice de recuperación para la adición de 20 µl se situó entre el 81 y el 119 % y para la adición de 50 µl, entre el 74 y el 115 %. Los resultados fueron equivalentes al rendimiento de recuperación referenciado en el método HJ642-2013.

Los límites mínimos de detección (MDL) para 38 VOC específicos, incluidos dos sustitutos, se calcularon sobre la base de la precisión de cuantificación a 2 µg/l y luego se tradujeron al método de LOD (µg/kg) y LOQ (µg/kg) con arreglo al método HJ642-2013 (Tabla 3). El LOD proporcionado por el flujo de trabajo aplicado se situó entre 1,0 y 2,5 µg/kg (con el FG de MSD en 0,1). Esto bastó para detectar los VOC diana a nivel de un solo dígito en µg/kg, tal como exige la norma HJ642-2013.

Esta nota de aplicación utiliza la HES para la generación y transmisión de iones. Comparamos los resultados con nuestro trabajo anterior de análisis de VOC (mediante una fuente de iones extractora pero con ajustes similares de cuadrupolo y factor de ganancia de EMV). Observamos que, para la misma muestra, la relación señal/ruido obtenida mediante HES fue aproximadamente entre tres y siete veces superior a la obtenida con la fuente de iones del extractor. Para evaluar más a fondo el impacto de la HES en la capacidad de detección de MSD, se fijó

el factor de ganancia de MSD en 1,0. Este valor es el mismo que el utilizado habitualmente en la fuente de iones del extractor para aplicaciones similares y se optimizó la temperatura de la fuente de iones a 300 °C. Se preparó una serie de muestras con VOC, de 50 ng/l a 5 µg/l (equivalente a entre 0,25 y 25 µg/kg en la matriz real) en 10 ml de modificador de la matriz y 2 g de arena de cuarzo limpia para su análisis. Los MDL según las nuevas condiciones analíticas se calcularon de acuerdo con la precisión de cuantificación de ocho réplicas de patrones de 50 ng/l. En la Tabla 4 se presentan los MDL y la linealidad, así como los iones de cuantificación y de cualificación usados. La Figura 2 muestra las trazas TIC SIM superpuestas de ocho réplicas de dibromoclorometano y 1,2-dibromoetano a 50 ng/l a fin de ilustrar la reproducibilidad del instrumento en el análisis de muestras de baja concentración. Los datos demostraron que el sistema utilizado es una opción idónea para la detección fiable y sensible de VOC en matrices sólidas, incluso a un nivel de 100 ppt (ng/kg).

Tabla 4. Método LOD, LOQ y linealidad (entre 50 ng/l y 5 µg/l) en condiciones optimizadas de HES-MSD.

	Nombre	TR (min)	Fórmula de CF	R ² de CF	LOQ (µg/kg)	LOD (µg/kg)	Ion de cuantificación (m/z)	Iones de cualificación (m/z)
1	Cloruro de vinilo	5,047	$y = 0,658957 * x - 6,016395E-005$	0,9994	0,142	0,043	62	64
2	1,1-dicloroetano	7,327	$y = 2,339186 * x - 2,969010E-004$	0,9992	0,078	0,024	96	61, 63
3	Cloruro de metileno (entre 200 ppt y 5 ppb)	8,074	$y = 1,802609 * x + 0,031520$	0,9994	0,267	0,080	84	86, 49
4	<i>trans</i> -1,2-dicloroetano	8,506	$y = 2,307819 * x - 1,849103E-004$	0,9995	0,096	0,029	96	61, 98
5	1,1-dicloroetano	10,139	$y = 2,378814 * x - 1,544549E-004$	0,9996	0,094	0,028	63	65, 83
6	<i>cis</i> -1,2-dicloroetano	9,174	$y = 4,499424 * x - 4,801002E-004$	0,9996	0,122	0,037	96	61, 98
7	Cloroformo	10,671	$y = 3,927227 * x + 0,002925$	0,9996	0,109	0,033	83	85
8	1,1,1-tricloroetano	11,114	$y = 4,064121 * x - 4,835625E-004$	0,9995	0,139	0,042	97	99, 61
9	Tetracloruro de carbono	11,453	$y = 3,628096 * x - 4,676820E-004$	0,9995	0,139	0,042	117	119
10	1,2-dicloroetano	11,875	$y = 2,527376 * x + 0,025430$	0,9995	0,115	0,035	62	98
11	Benceno	11,881	$y = 9,837078 * x + 0,026800$	0,9994	0,143	0,043	78	-
12	Tricloroetano	13,275	$y = 4,037059 * x - 1,428444E-004$	0,9996	0,081	0,025	95	97, 130, 132
13	1,2-dicloropropano	13,827	$y = 3,372180 * x - 3,653243E-004$	0,9996	0,114	0,034	63	112
14	Bromodichlorometano	14,419	$y = 3,320849 * x + 1,474400E-004$	0,9996	0,119	0,036	83	85, 127
15	tolueno- d ₈ (patrón de sustitución)	16,375	$y = 8,946947 * x + 0,004931$	0,9996	0,078	0,024	98	-
16	Tolueno	16,204	$y = 14,159816 * x - 5,075302E-004$	0,9996	0,087	0,026	92	91
17	1,1,2-tricloroetano	17,347	$y = 1,974437 * x - 1,028654E-004$	0,9997	0,133	0,040	83	97, 85
18	Tetracloroetileno	17,783	$y = 3,351350 * x + 1,908451E-004$	0,9996	0,101	0,030	164	129, 131, 166
19	Dibromoclorometano	18,402	$y = 1,886300 * x - 1,633177E-004$	0,9996	0,117	0,035	129	127
20	1,2-dibromoetano	18,758	$y = 1,485851 * x - 1,379536E-004$	0,9997	0,119	0,036	107	109, 188
21	Clorobenceno	20,017	$y = 9,561805 * x + 0,014300$	0,9996	0,322	0,097	112	77, 114
22	1,1,1,2-tetracloroetano	20,266	$y = 36,572088 * x + 0,001083$	0,9997	0,101	0,031	131	133, 119
23	Etilbenceno	20,205	$y = 5,817481 * x - 0,001149$	0,9995	0,171	0,052	91	106
24	<i>m,p</i> -xileno	20,570	$y = 27,057635 * x + 0,003155$	0,9995	0,102	0,031	106	91
25	Estireno	21,666	$y = 12,418970 * x - 0,004286$	0,9931	0,241	0,072	106	91
26	<i>o</i> -xileno	21,640	$y = 13,423336 * x + 0,001023$	0,9997	0,100	0,030	104	78
27	Bromoformo	22,189	$y = 2,204780 * x - 3,367844E-004$	0,9997	0,172	0,052	173	175, 254
28	4-bromofluorobenceno (patrón de sustitución)	23,036	$y = 11,487625 * x - 7,553560E-004$	0,9996	0,105	0,032	95	174, 176
29	1,1,2,2-tetracloroetano	23,523	$y = 5,835213 * x - 0,001140$	0,9998	0,134	0,040	83	131, 85
30	1,2,3-tricloropropano	23,375	$y = 6,683218 * x - 2,225683E-004$	0,9998	0,206	0,062	75	77
31	1,3,5-trimetilbenceno	24,162	$y = 29,367748 * x - 0,006584$	0,9990	0,192	0,058	105	120
32	1,2,4-trimetilbenceno	25,173	$y = 26,561166 * x + 2,444729E-004$	0,9990	0,149	0,045	105	120
33	1,3-diclorobenceno	25,954	$y = 15,629264 * x - 0,001070$	0,9996	0,104	0,031	146	111, 148
34	1,4-diclorobenceno	26,181	$y = 14,892998 * x - 0,001860$	0,9994	0,091	0,028	146	111, 148
35	1,2-diclorobenceno	27,184	$y = 14,968164 * x - 8,822657E-004$	0,9997	0,108	0,033	146	111, 148
36	1,2,4-triclorobenceno	31,401	$y = 10,835935 * x - 5,724957E-004$	0,9994	0,158	0,048	180	182, 145
37	Hexaclorobutadieno	31,856	$y = 7,775980 * x - 7,142012E-004$	0,9997	0,139	0,042	225	223, 227

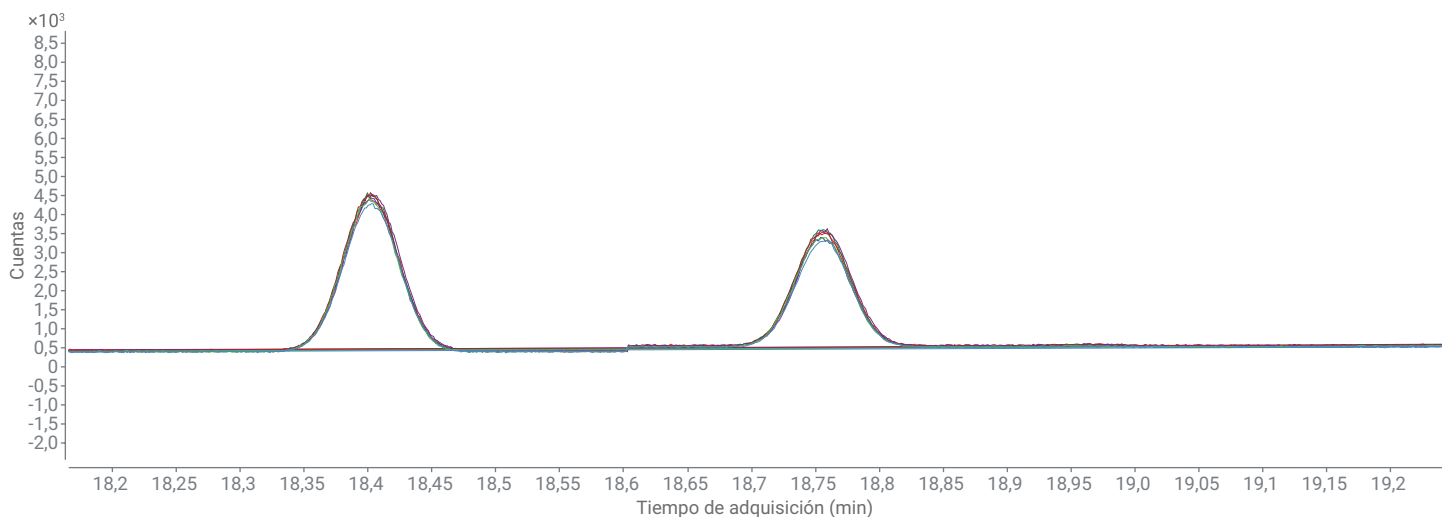


Figura 2. Superposición de trazas de TIC SIM de ocho réplicas de dibromoclorometano y 1,2-dibromoetano a 50 ng/l en 10 ml de modificador de matriz.

En el rango de concentración empleado (50 ng/l a 5 µg/l), 36 compuestos presentaron un $R^2 > 0,999$. Hubo dos compuestos que fueron la excepción: el cloruro de metileno y el estireno. El R^2 para el estireno fue de 0,993, no tan bueno como otros compuestos, pero todavía dentro de los requisitos de la norma HJ642-2013 para la calibración lineal. La concentración de cloruro de metileno en el fondo fue superior a 100 ng/l, lo que interfirió con el extremo inferior del rango de linealidad. Con la sustracción del fondo, la linealidad del cloruro de metileno mejoró, de 200 ng/l a 5 µg/l, como se muestra en la Tabla 4.

Conclusiones

Esta nota de aplicación demuestra que un GC 8890 y un GC/MSD 5977B combinados con un muestreador de espacio de cabeza 7697A forman una plataforma ideal para el análisis sensible y fiable de VOC en suelos y sedimentos. La precisión de cuantificación del sistema (1-5 %), la baja relación LOD/LOQ (el LOD estuvo en el rango de 1,0 a 2,5 µg/kg para la muestra real de suelo o sedimento), la excelente linealidad para la mayoría

de los compuestos con coeficientes de regresión superiores a 0,995 y los buenos índices de recuperación de los métodos (entre el 73 y el 115 %), todos ellos cumplían o superaban los requisitos de la norma medioambiental china HJ642-2013. Además, si los usuarios requieren una detección más sensible, los parámetros de operación del MSD HES pueden optimizarse de forma que ofrezcan un límite de detección del orden de 100 ppt y una buena linealidad en rangos de concentración bajos.

Referencias

1. Volatile Organic Compounds in Soils and Other Solid Matrices using Equilibrium Headspace Analysis. *US EPA Method 5021* **1996**, revisión 0, US EPA, EE. UU.
2. Soil and Sediment. Determination of Volatile Organic Compounds - Headspace-Gas Chromatography/Mass Method. HJ 642-2013, publicado por el Ministerio de Ecología y Medioambiente de la República Popular de China.
3. Soil and Sediment - Determination of Volatile Organic Compounds - Headspace-Gas Chromatography Method. HJ 741-2015, publicado por el Ministerio de Ecología y Medioambiente de la República Popular de China.
4. Improved Volatiles Analysis Using Static Headspace, the Agilent 5977B GC/MSD, and a High-efficiency Source *Nota de aplicación de Agilent Technologies*, número de publicación 5991-6539EN, **2016**.

www.agilent.com/chem

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
Impreso en EE. UU., 27 de marzo de 2019
5994-0662ES