

Procedimiento Normalizado de Trabajo

Principio del método

Los ácidos orgánicos volátiles (Ácido Fórmico, Ácido Acético, Ácido Propiónico, Ácido Butírico, Ácido i-Butírico, Ácido Valérico, etc.) se liberan a la fase gaseosa del vial al **acidificar la muestra**, favoreciendo su forma no ionizada. El equilibrio líquido–gas se alcanza mediante **temperatura y agitación controladas**, y el vapor se inyecta en GC para su separación y cuantificación.

Preparación de muestra

Reactivos

- Ácido fosfórico 85 % o ácido sulfúrico 1–5 M
- Cloruro sódico (NaCl), grado analítico
- Agua ultrapura
- Patrón interno (opcional pero recomendable):
 - Ácido isobutírico-d7
 - Ácido 2-etilbutírico

Procedimiento

1. Añadir **5,0 mL de muestra** a un vial HS de 20 mL.
2. Añadir **1,0 mL de ácido fosfórico** (pH final < 2).
3. Añadir **1–2 g de NaCl** (efecto *salting-out*).
4. Añadir patrón interno (si aplica).
5. Sellar inmediatamente con tapón PTFE/silicona.

Condiciones de espacio de cabeza

Modo: Headspace estático

Parámetro	Valor típico
Temperatura HS	80–90 °C
Tiempo de equilibrado	15–30 min
Agitación	Sí (250–500 rpm)
Volumen inyectado	1,0 mL
Presión vial	Automática (HS autosampler)

☐ No exceder 95 °C para evitar degradación o sobrepresión.

Cromatografía de gases

Columna recomendada

- **FFAP, DB-FFAP, CP-Wax 52 CB**, o equivalente
- Dimensiones típicas:
 - 30 m × 0,25 mm × 0,25 µm

Detector

- **FID** (sencillo y robusto)
- **MS** si se requiere confirmación estructural

Programa de horno (ejemplo)

Etapa	Temperatura	Tiempo
Inicial	40 °C	5 min
Rampa	10 °C/min → 200 °C	—
Final	200 °C	5 min

Inyector

- Modo split (10:1 a 30:1)
- Temperatura: 200–250 °C

Cuantificación

- **Calibración externa o con patrón interno**
- Preparar curvas en matriz simulada (agua + ácido + NaCl)
- Rango típico:
 - 0,5 – 500 mg/L (dependiendo del ácido)

Ventajas del método HS

- ✓ No requiere extracción ni disolventes orgánicos
- ✓ Muy reproducible
- ✓ Bajo ensuciamiento del sistema
- ✓ Ideal para análisis rutinario

Limitaciones y mejoras posibles

Limitación	Solución
Baja sensibilidad para ácidos largos	Aumentar T HS o NaCl
Coeluciones	Ajustar rampa o usar columna más polar
Matrices complejas	Dilución o estándar interno isotópico