

Análisis de Alcoholes en Aguas Continentales e Industriales por Espacio de Cabeza (HRGC-FID-HS)

1. Objeto y Alcance

Establecer el procedimiento para la **identificación y cuantificación de alcoholes volátiles** en muestras de agua potable e industrial mediante **cromatografía de gases con muestreo por espacio de cabeza estático**.

Alcoholes típicos incluidos:

- Metanol
- Etanol
- Isopropanol
- n-Propanol
- i-Butanol
- n-Butanol

(Adaptable según necesidades regulatorias o industriales)

2. Principio del Método

Los alcoholes presentes en la muestra acuosa se equilibran entre la fase líquida y la fase vapor (espacio de cabeza) dentro de un vial herméticamente cerrado. Tras alcanzar el equilibrio a temperatura controlada, una alícuota del vapor se inyecta en un GC equipado con detector FID o MS.

La cuantificación se realiza mediante **patrón interno**.

3. Responsabilidades

- **Analista:** preparación de muestras, calibración, análisis y registro de datos.
- **Responsable técnico:** validación del método, control de calidad y revisión de resultados.

4. Seguridad

- Manipular alcoholes en campana extractora.
- Uso obligatorio de bata, guantes de nitrilo y gafas de seguridad.
- Viales de HS presurizados: evitar sobrellenado y temperaturas excesivas.

5. Equipos y Materiales

Instrumentación

- Cromatógrafo de gases con:
 - Detector FID o GC-MS
 - Muestreador automático de espacio de cabeza estático
- Agitador térmico de viales (integrado o externo)
- Balanza analítica ($\pm 0,1$ mg)

Material fungible

- Viales HS de 20 mL
- Tapones con septum PTFE/silicona
- Micropipetas y puntas
- Jeringas de precisión

6. Reactivos

- Agua ultrapura (blanco)
- Alcoholes patrón ($\geq 99,5$ %)
- **Patrón interno** (recomendado):
 - tert-Butanol o sec-butanol (no presente normalmente en agua potable)
- Cloruro sódico (NaCl, p.a.) – opcional para efecto *salting-out*

7. Preparación de Soluciones

Solución patrón madre

Preparar soluciones madre individuales o mixtas de alcoholes en agua ultrapura.

Solución de patrón interno

Ejemplo:

- sec-Butanol 1 g/L en agua ultrapura

8. Preparación de Muestras

- Añadir **5.0 mL de muestra** en un vial HS de 20 mL.
- Añadir:
- 1,0 mL de solución de patrón interno
- (Opcional) 1–2 g de NaCl
- Cerrar herméticamente el vial.
- Mezclar suavemente.

☐ Usar el mismo volumen y composición en muestras, blancos y patrones.

9. Condiciones de Espacio de Cabeza (Ejemplo)

- Temperatura de incubación: **60 °C**
- Tiempo de incubación: **20 min**
- Agitación: **500 rpm**
- Volumen de inyección HS: **1,0 mL**

10. Condiciones Cromatográficas (Ejemplo GC-FID)

- Columna: DB-WAX, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μ m
- Gas portador: He, 1.2 mL/min
- Inyector: 200 °C, modo split (1:10)
- Detector FID: 250 °C

Programa de horno (ejemplo):

- 40 °C (5 min)
- 10 °C/min hasta 200 °C
- Mantener 5 min
- (*Ajustar según separación requerida*)

11. Calibración

- Preparar al menos **5 niveles de calibración** cubriendo el rango esperado.
- Cada calibrante debe contener la misma concentración de patrón interno.
- Construir la recta:

$$\frac{\text{Área}_{\text{analito}}}{\text{Área}_{\text{P.I.}}} = f(C_{\text{analito}})$$

- Criterio típico:
 - $R^2 \geq 0,995$

12. Control de Calidad

- Blanco de reactivos
- Muestra fortificada (recuperación 80–120 %)
- Repetibilidad: $\text{RSD} \leq 10 \%$
- Verificación diaria de calibración

13. Cálculo de Resultados

La concentración se obtiene a partir de la recta de calibración, considerando:

- Volumen de muestra
- Factor de dilución (si aplica)

Resultados expresados en:

- mg/L o µg/L

14. Límites Típicos

(dependen del equipo)

- LOD: 1–10 µg/L
- LOQ: 5–30 µg/L

15. Interferencias

- Otros compuestos volátiles (cetonas, éteres).
- Contaminación por solventes del laboratorio.
- Pérdidas por sellado deficiente del vial.

16. Registros

- Hoja de preparación de muestras
- Cromatogramas
- Curvas de calibración
- Informe de resultados

17. REFERENCIAS

- ISO 17943 (VOC en agua)
- EPA 5021A – Headspace GC
- ASTM D3694