

Análisis de Compuestos Orgánicos Volátiles (VOC)

Basado en EPA 502.2, 503.1, 524.2

1. Objeto y Alcance

Establecer el procedimiento para la determinación cualitativa y cuantitativa de Compuestos Orgánicos Volátiles (COV) en **aguas y matrices sólidas** mediante técnicas de **Espacio de Cabeza (Headspace)** acopladas a **GC-FID y/o GC-MS**, de acuerdo con los principios de los métodos **EPA 502, 503, 524 y relacionados**.

Este procedimiento es aplicable a análisis de VOC's en:

- Aguas potables, subterráneas, superficiales y residuales.
- Suelos, sedimentos, lodos y otras matrices sólidas ambientales.

Incluye COV halogenados y no halogenados (BTEX, disolventes clorados, etc.).

3. Referencias Normativas

- EPA Method 502.2 – Volatile Organic Compounds in Water by Purge and Trap GC
- EPA Method 503.1 / 503.2 – Volatile Aromatic and Halogenated Organics
- EPA Method 524.2 / 524.3 – Volatile Organic Compounds by GC/MS
- EPA SW-846 Chapter 4 – GC/MS
- ISO 17943 – Water quality – VOCs by HS-GC/MS

4. Definiciones

- **COV:** Compuestos Orgánicos Volátiles.
- **HS:** Headspace (Espacio de Cabeza).
- **IS:** Patrón Interno.
- **MS:** Material de referencia / Muestra fortificada.
- **LOD / LOQ:** Límite de detección / cuantificación.

5. Responsabilidades

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

6. Seguridad y Medio Ambiente

- Manipular disolventes y estándares en campana extractora.
- Usar EPI: guantes de nitrilo, gafas y bata.
- Gestionar residuos conforme a normativa local.

7. Equipos y Materiales

- Cromatógrafo de gases con detector FID o MS
- Muestreador automático Headspace estático con Agitador térmico
- Balanza analítica ($\pm 0,1$ mg)
- Viales HS 10 - 20 mL con Septos PTFE/silicona
- Frascos VOA (40 mL) para agua
- Jeringas herméticas para gases

8. Reactivos y Estándares

8.1 Patrones

- Patrones certificados de COV (EPA Mix)
- Patrones internos (ej.: fluorobenceno, clorobenceno-d5, bromoclorometano)
- Surrogates (ej.: bromofluorobenceno)

8.2 Otros reactivos

- Agua ultrapura sin COV's
- NaCl (grado analítico, opcional para efecto salting-out)
- Metanol (grado GC)

9. Preparación de la muestra (EPA 5021A)

9.1 Aguas

- Recoger en frascos VOA sin burbujas.
- Acidificar a pH < 2 con HCl (si aplica).
- Conservar a 4 ± 2 °C.
- Tiempo máximo: 14 días.

9.2 Matrices sólidas

- Recoger en recipientes herméticos.
- Refrigerar a 4 ± 2 °C.
- Analizar lo antes posible (<7 días recomendado).

10. Preparación de Muestras

10.1 Aguas (HS estático)

1. Transferir 5–10 mL de muestra al vial HS.
2. Añadir patrón interno.
3. Añadir NaCl (opcional, 20–30 % p/p).
4. Sellar inmediatamente.

10.2 Matrices sólidas

1. Pesar 1–5 g de muestra en vial HS.
2. Añadir agua ultrapura (si aplica).
3. Añadir patrón interno.
4. Sellar el vial.

11. Condiciones de Espacio de Cabeza (Orientativas)

- Temperatura HS: 60 - 90 °C
- Tiempo de equilibrado: 20 - 30 min
- Agitación: media - alta
- Volumen de inyección: 0.5 - 1 mL

12. Condiciones Cromatográficas

12.1. Columna

- Columna: 30 m × 0,25 mm × 1,4 µm (tipo 624 / VOC)
- Gas portador: Helio
- Flujo: 1,0–1,5 mL/min

12.1. Cromatógrafo

- Programa de horno:
 - 35 °C (5 min)
 - 10 °C/min hasta 200 °C
 - Mantener 5 min

12.4 MS

- Modo: Scan o SIM
- Rango Scan: m/z 35–200

13. Calibración

- Curva externa o con patrón interno.
- Mínimo 5 niveles (incluyendo LOQ).
- $R^2 \geq 0,995$.
- Verificación diaria con estándar de control.

14. Control de Calidad

- Blanco de método
- Muestra fortificada
- Duplicados
- Recuperación aceptable: 70–130 %
- $RSD \leq 20 \%$

15. Cálculos

$$C = \frac{A_m}{A_{IS}} \times F \times C_{IS}$$

Dónde:

- C = Concentración ($\mu\text{g/kg}$ o $\mu\text{g/L}$)
- A_m = Área del analito
- A_{IS} = Área del patrón interno
- F = Factor de calibración
- C_{IS} = Concentración Patrón Interno ($\mu\text{g/kg}$ o $\mu\text{g/L}$)

16. Expresión de Resultados

- Aguas $\mu\text{g/L}$
- Sólidos $\mu\text{g/kg}$ (base húmeda o seca)
- Indicar LOD y LOQ

17. Criterios de Aceptación

- Retención $\pm 0,1$ min
- Relación iónica conforme a EPA
- Blancos sin interferencias significativas

18. Registros

- Hoja de trabajo analítica
- Cromatogramas
- Curvas de calibración
- Informe de resultados

19. Anexos

Anexo I: Lista típica de COV EPA 502–524

La siguiente lista recoge los COV más comúnmente incluidos en los métodos EPA 502, 503 y 524 para análisis en agua y matrices ambientales. Puede ampliarse o reducirse según el alcance del laboratorio.

19.1.1 Hidrocarburos aromáticos (BTEX y relacionados)

Benceno	m-Xileno	Estireno
Tolueno	p-Xileno	1,3,5-Trimetilbenceno
Etilbenceno	Isopropilbenceno	1,2,4-Trimetilbenceno
o-Xileno	n-Propilbenceno	

19.1.2 Compuestos halogenados alifáticos

Clorometano	1,2-Dicloroetano	1,1,2-Tricloroetano
Bromometano	1,1-Dicloroetano	Tricloroetano
Cloroetano	cis-1,2-Dicloroetano	Tetraclorometano
Cloruro de vinilo)	trans-1,2-Dicloroetano	Tetracloroetano
Diclorometano	Triclorometano	1,1,1,2-Tetracloroetano
1,1-Dicloroetano	1,1,1-Tricloroetano	1,1,2,2-Tetracloroetano

19.1.3 Compuestos halogenados aromáticos

Clorobenceno	Diclorobencenos	Triclorobencenos
Bromobenceno		

19.1.4 Otros compuestos oxigenados y diversos

Acetona	Tetrahidrofurano (THF)	1,4-Dioxano (incluido en versiones ampliadas)
Metil Etil Cetona (MEK)	Acetato de etilo	
Metil Isobutil Cetona	Acetato de vinilo	

19.1.5 Compuestos regulados clave (EPA / Directiva UE)

Benceno	Tricloroetano	Diclorometano
Cloruro de vinilo	Tetracloroetano	

Anexo II: Ejemplo de Hoja de Cálculo

A continuación se muestra un ejemplo de estructura de hoja de cálculo para el tratamiento de datos de COV por HS-GC conforme a EPA 502–524. Puede implementarse en Excel, LibreOffice o software LIMS.

19.2.1 Hoja 1. Datos de calibración

Nivel	Analito	Conc. STD (µg/L)	Área Analito	Área IS	Relación (A/IS)	Factor Respuesta
1	Benceno	0.5				
2	Benceno	1.0				
3	Benceno	5.0				
4	Benceno	10.0				
5	Benceno	20.0				

Cálculos:

- Factor de respuesta = (Relación A/IS) / Concentración
- Regresión lineal: $y = ax + b$
- $R^2 \geq 0,995$

19.2.2 Hoja 2. Control de Calidad

Tipo Muestra	Analito	Conc. Teórica	Conc. Media	Rec. (%)	Criterio	Sí/No
Blanco	Benceno	0	<LOD	-	-	Sí
Fortificada	Benceno	5.0	-	-	70-130%	
Duplicado	Benceno	-	-	RSD %	≤ 20%	

19.2.3 Hoja 3. Resultados de Muestras

ID Muestra	Matriz	Analito	Área Analito	Área IS	Relación A/IS	Conc. (µg/L o µg/g)	LOD	LOQ

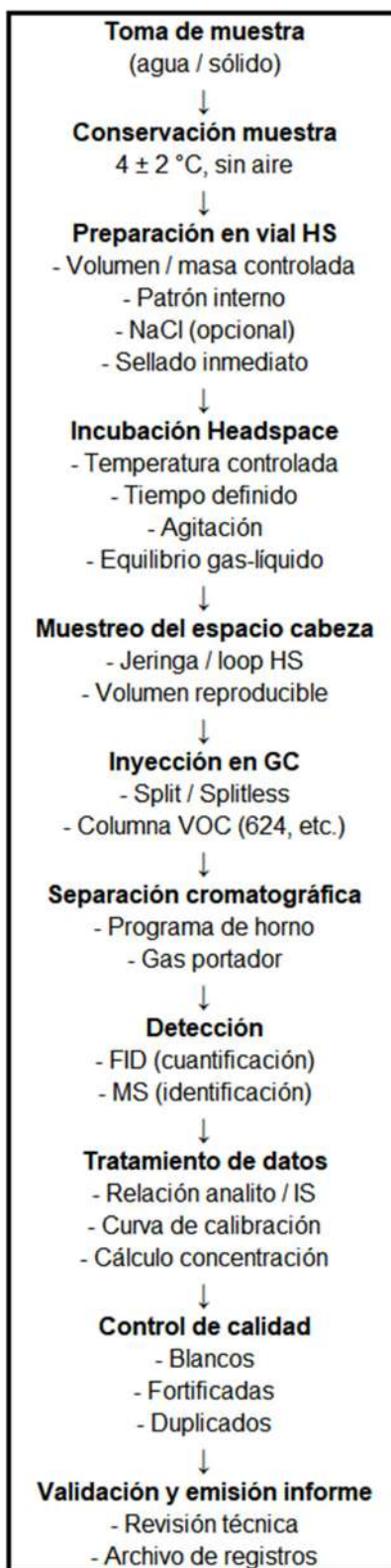
19.2.4 Hoja 4. Resumen para Informe

Muestra	Analito	Resultado	Unidad	Incertidumbre	Método	Observaciones

Nota: Para matrices sólidas, incluir masa pesada (g), volumen equivalente (L) y factor de dilución para el cálculo final.

Anexo 3. Diagrama del proceso HS-GC

A continuación se presenta el diagrama del proceso analítico HS-GC (Headspace – Cromatografía de Gases) conforme a EPA 502–524. El esquema es válido para HS estático automático acoplado a GC-FID o GC-MS.



Nota técnica: El rendimiento del método depende críticamente del equilibrio HS, por lo que temperatura, tiempo y agitación deben mantenerse constantes entre calibración y muestras.