

METODO 23 US-EPA

DETERMINACIÓN DE POLICLORADOS DIBENZO-p-DIOXINAS Y POLICLORADOS DIBENZOFURANOS EN FUENTES ESTACIONARIAS

Tomado del método No. 23 de United States Environmental Protection Agency EPA.

RESUMEN

Este método Determina la concentración de compuestos específicos de PCDD, PCDF PCB Y PAH en estado gaseoso y sólido o partículas, en donde estos contaminantes son extraídos de la corriente de gas de forma biocinética y se atrapan por medio de un filtro de fibra de vidrio e impactadores con soluciones absorbente.

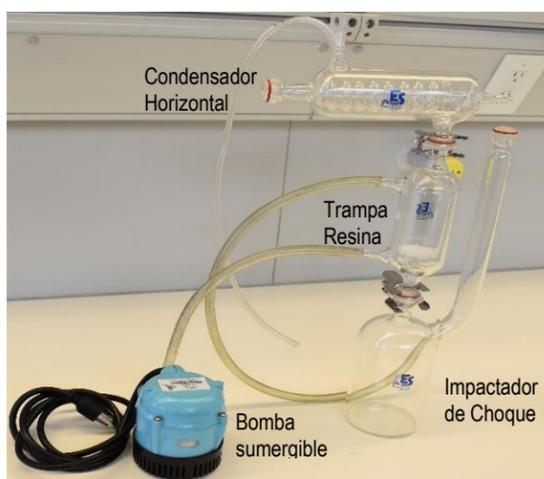
La muestra no se puede separar en fracción de partículas y gas, para lo cual el contaminante se recolectada en una muestra combinada.

La muestra se fracciona cromatográficamente en porciones de extracto para eliminar interferencias, se separan en compuestos individuales o mezclas simples mediante cromatografía de alta resolución (HRGC) y se miden con espectrometría de masas de alta resolución (HRMS). Este método utiliza estándares marcados isotópicamente para mejorar la precisión y exactitud del método mediante la cuantificación por dilución de isótopos.

1. Equipo y Suministros

- **Boquilla:** La boquilla debe ser de cuarzo, vidrio de borosilicato o titanio. No se deben utilizar boquillas de acero inoxidable.
- **Sonda:** De vidrio de borosilicato ó cristal de cuarzo, con un sistema de calentamiento que mantenga una temperatura 120 ± 14 °C, no se deben usar líneas de sondas metálicas.
- **Portafiltro:** Cristal de borosilicato, con un soporte de vidrio para el filtro y empaque de caucho.
- **Condensador Horizontal:** condensador deber en vidrio borosilicato de con sentido horizontal con serpentín, para facilitar el proceso de condensación y el paso a la resina absorbente.
- **Bomba sumergible:** Se utiliza para realizar un sistema de recircula miento de agua fría y acelerar la condensación.
- **Contenedor para Resina absorbente:** Se emplea una trampa en vidrio borosilicato con el fin de contener la resina absorbente y agua fría para mantener una temperatura adecuada.
- **Impactador de choque o Knockout:** tipo de impactador especial para acomodar la resina verticalmente, se ubica después de la resina y se mantiene vacío.

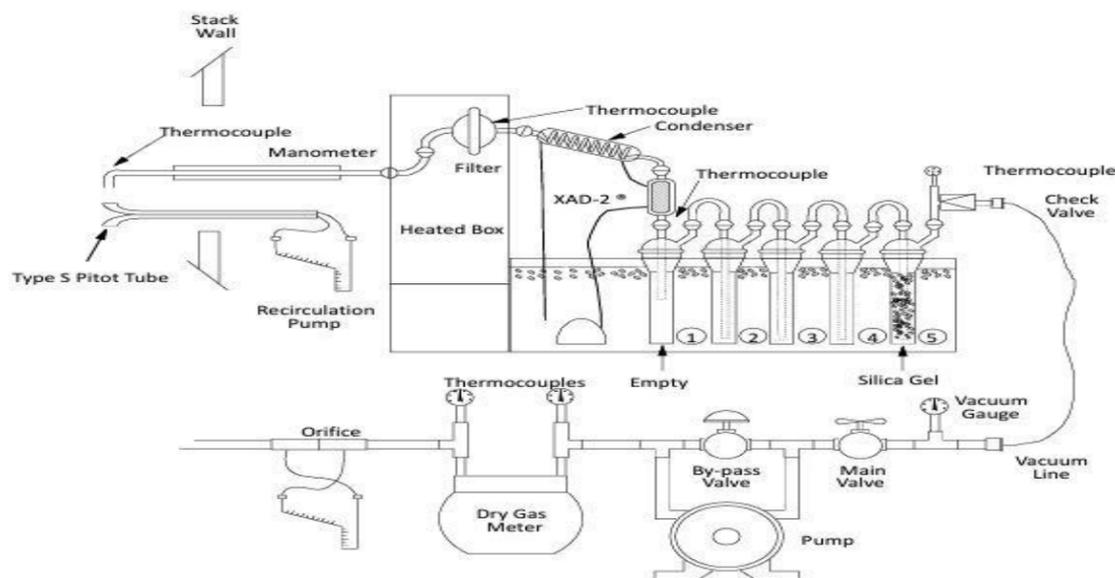
Figura 1. Montaje para contenedor de resina y recirculación de agua



1.1. Reactivos

- Filtros de fibra de vidrio.
- Resina absorbente XAD-2.
- Agua destilada o desionizada.
- Silica Gel.
- Hidróxido de sodio al 0,1N (NaOH)
- Hiposulfito de sodio (Na₂S₂O₃ 3.5 H₂O).

Figura 2. Esquema método 23 US-EPA.



Fuente. (US EPA, 2017).

2. Procedimiento

2.1. Preparación del tren de recolección

- La caja fría tiene la siguiente configuración:

Impactador 1: Vacío.
Impactador 2 y 3: 100 mL de agua.
Impactador 4: Vacío.
Impactador: Aproximadamente 200 g de silica gel.

- Prueba de fugas: Antes del muestreo es opcional, al finalizar es obligatorio.
- Configure el tren de muestreo como se presenta en la figura 2.
- Encender la bomba de recirculación del módulo absorbente.
- Mantener la temperatura menor a 20°C, antes y durante del muestreo para una eficiente captura de los PCCDD's Y PCDF's.

2.2. Recuperación de la Muestra

- **Contenedor 1.** Sellar el soporte del filtro o retirarlo cuidadosamente de la porta filtro, y colocarlo en el contenedor identificado. No colocar el filtro en papel aluminio. Utilice un par pinzas para retirar el filtro y doblarlo de tal forma que la muestra quede dentro del dobles. Realizar un barrido del material sobrante y dejarlo dentro del contenedor respectivo.
- **Resina Adsorbente:** Retire El Módulo Que Contiene La Resina, Luego Tapar El Contenedor En Ambos Extremos Con Papel Aluminio Y Almacenarlo Con Hielo Para Su Respectivo Transporte Al Laboratorio.
- **Contenedor 2.** Realizar la cuantificación del material depositado en la boquilla, sonda, porta filtro, condensador, y el contenedor de la resina. Primero realizar un cepillado a cada componente mientras se enjuaga tres veces con acetona y luego un nuevo enjuague por tres veces con tolueno. Estos enjuagues se incluirán al contener No. 2.
- **Contenedor 3.** En este contenedor se recupera el agua que se encuentra en los impactadores, seguido se realizara un enjuague de los cinco impactadores con tolueno, este enjuague ira a al mismo contenedor 3.

2.3. Análisis de la Muestra

El análisis de la muestra se realiza con un cromatógrafo de gases acoplado a un espectrómetro de masas (GC/MS).

Inmediatamente antes del análisis, añadir una alícuota 20 ul de la solución estándar de recuperación de la [Tabla 23.1 del método 23 US EPA](#) a cada muestra. Una alícuota 2 ul del extracto se inyecta en el GC. Los extractos de muestras son primero analizados utilizando la columna capilar DB-5 para determinar la concentración de cada isómero de PCDD's y PCDF's (tetra a octa).

Si se detecta dibenzofuranos tetraclorinados en este análisis, entonces analizar otra alícuota de la muestra en una corrida separada, utilizando la columna BD-225 para medir el isómero 2,3,7,8 tetracloro dibenzofurano.

Otros sistemas de columna pueden utilizarse, siempre que el usuario sea capaz de demostrar que usando chequeos de calibración y rendimiento el sistema de columna está en condiciones de cumplir las especificaciones del método 23

3. Determinación de la Concentración de los PCDD's y PCDF's

- **C_T:** Concentración Total de PCDD's y PcDF's en la Muestra

$$C_T = \sum_{i=1}^n C_i \quad \text{Ec. 8.1}$$

- **C_i:** Concentración de PCDD o PCDF i en la muestra, pg/m³. (pg=picogramo)

$$C_i = \frac{m_i * A_i}{A_i * RRF_i * V_{mstd}} \quad \text{Ec. 8.2}$$

- **m_i:** Masa del estándar interno i añadido a la muestra, pg.
- **A_i:** Integrada de corriente de los dos iones característicos del compuesto i en la muestra.
- **RRF_i:** Factor de respuesta relativa para el compuesto i.
- **V_{mstd}:** = Volumen de muestreo medido en corridas, dscm.
- **M:** Masa de NO_x como NO₂ en la muestra de gas (µg).

4. Fuentes

Son producidos por combustión incompleta de la lignina, también hay dioxinas en el combustible que no se destruyen en la incineración, cuando se incineran productos industriales con PCB se forman DIBENZO-FURANOS o PCD-DIOXINAS

Se presentan en el medio debido a que han sido fabricados y utilizados formando parte de plaguicidas (2,4-D y 2,4,5-T), blanqueadores, y otros productos químicos industriales, también se pueden formar en combustiones donde están presentes compuestos químicos aromáticos y clorados (cloro).

también se pueden presentar por el tráfico rodado y los procesos industriales, como las incineradoras de residuos y procesos industriales térmicos.

Bibliografía

US EPA. (08 de 2017). *Air Emission Measurement Center*. Obtenido de <https://www.epa.gov/emc/method-8-sulfuric-acid-mist>