

28-30

SEPTIEMBRE 2010

WTC

Ciudad de México



CONTEC 11

XVIII Congreso
Internacional Ambiental

negocios y soluciones
ambientales



www.thegreenexpo.com.mx

Enviro
Pro



Green Energy
& Efficiency

Green
UP

Water
Max

WATER EXPO



Medición de Compuestos Orgánicos Volátiles (VOC) en agua y muestras de medio ambiente empleando la tecnología de Headspace con Trampa con Cromatografía de Gases/Espectrometría de Masas utilizando el Método EPA 8260B.

28-30
SEPTIEMBRE 2010

WTC
Ciudad
de México



CONTEC

XVIII Congreso
Internacional Ambiental

negocios y soluciones
ambientales



www.thegreenexpo.com.mx

Resumen

Tecnología de Headspace con Trampa

Resumen del Análisis de COV

Ventajas Unicas de la Trampa para COV

Enviro
Pro



Green
UP

Water
Max



28-30
SEPTIEMBRE 2010

WTC
Ciudad
de México



CONTEC 10

XVIII Congreso
Internacional Ambiental

negocios y soluciones
ambientales



www.thegreenexpo.com.mx

Enviro
Pro



Green
UP

Water
Max



Resumen de la Trampa

- Utiliza el principio de headspace en equilibrio.
- Utiliza una trampa con adsorbente integrado para coleccionar y enfocar 'todo' el vapor en el headspace.
- Permite ciclos múltiples de extracción de vapor del vial con presión-pulsada – patente pendiente.
- Trampa seca-purgada para remover la humedad.
- Desorción térmica de los analitos dentro de la columna del CG.
- Divisor de desorción opcional.



CONTEC 11
XVIII Congreso
Internacional Ambiental

negocios y soluciones
ambientales



www.thegreenexpo.com.mx

Enviro
Pro



Green
UP

Water
Max



Prerequisitos de Headspace Estático Cuantitativo en CG

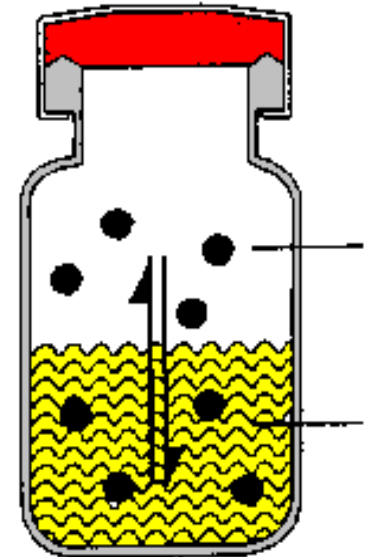
- Se debe alcanzar el equilibrio.
- Se debe considerar el tipo de matriz (el coeficiente de partición es dependiente de la matriz)
- La muestra debe representar un sistema con partición

$$K = C^l/C^g$$

K = Coeficiente de partición de un compuesto volátil

C^l = Concentración en la fase líquida

C^g = Concentración en la fase gas





CONTEC

XVIII Congreso
Internacional Ambiental

negocios y soluciones
ambientales



www.thegreenexpo.com.mx

Enviro
Pro



Green
UP

Water
Max



Coeficientes de Partición en Agua

COMPUESTO	50°C	60°C	80°C
ETANOL	1220	630	240
n-PROPANOL	520	350	150
IPA	445	250	120
t-BUTANOL	280	150	60
ACETONA	270	110	55
ACETATO DE ETILO	42	30	18
BENCENO	1.2	0.4	0
TOLUENO	0.8	0	0
TRICLORO-ETILENO	0.7	0	0

28-30
SEPTIEMBRE 2010

WTC
Ciudad
de México

GREEN
THE GREEN EXPO

Good Resources Environmental & Energy Alliance
EXHIBICIÓN & CONFERENCIAS



CONECCO

XVIII Congreso
Internacional Ambiental

negocios y soluciones
ambientales



www.thegreenexpo.com.mx

Enviro
Pro



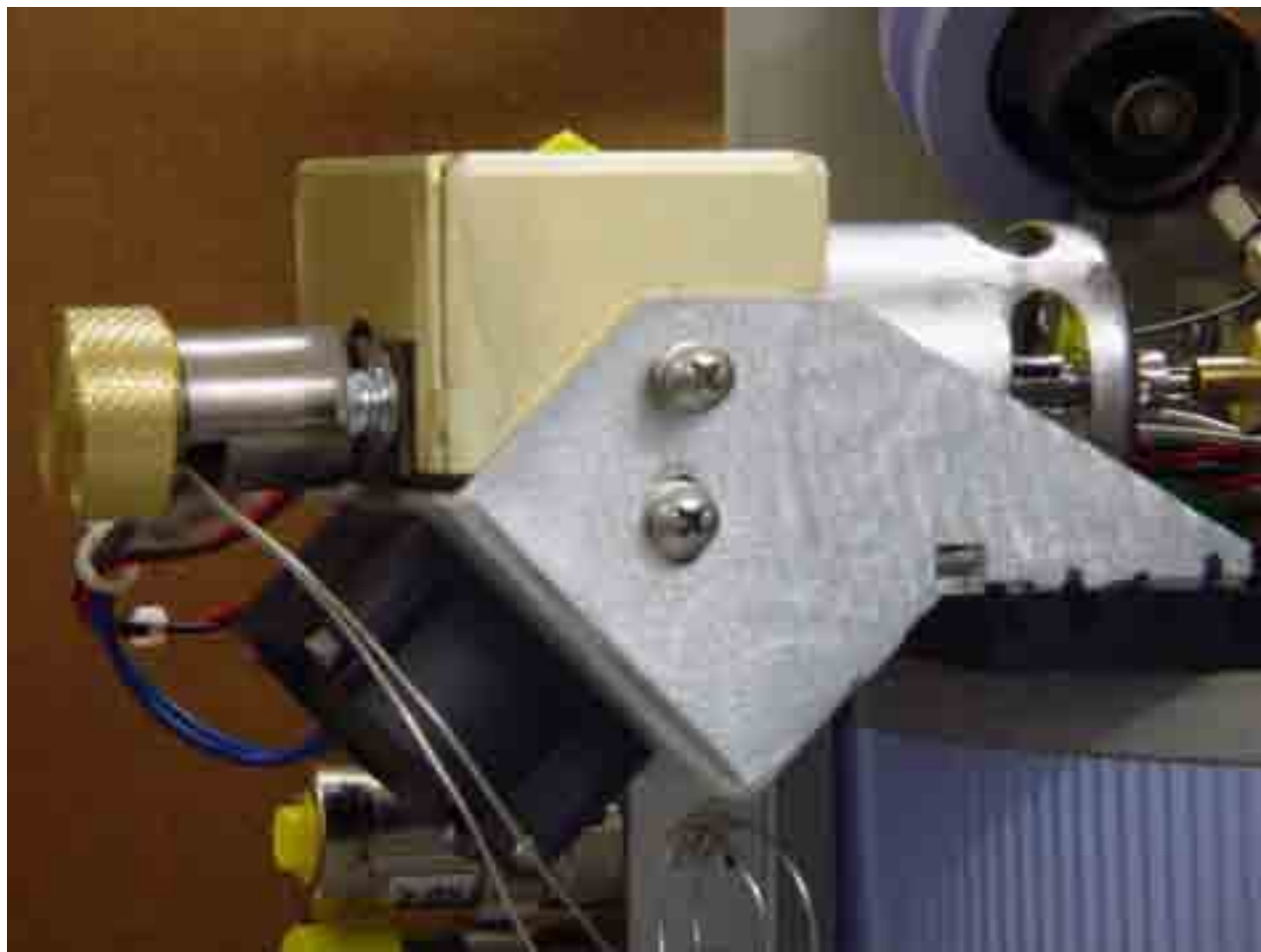
Presentando #1426
Clean Energy
& Efficiency

Green
UP

Water
Max

WATER EXPO
Water & Energy

La Trampa





XVIII Congreso
Internacional Ambiental

negocios y soluciones
ambientales



Trampa

Negro de Humo Grafitizado



Entrada/Salida
De muestra

Trampa para Tóxicos en Aire

Carbón y Molecular Sieve

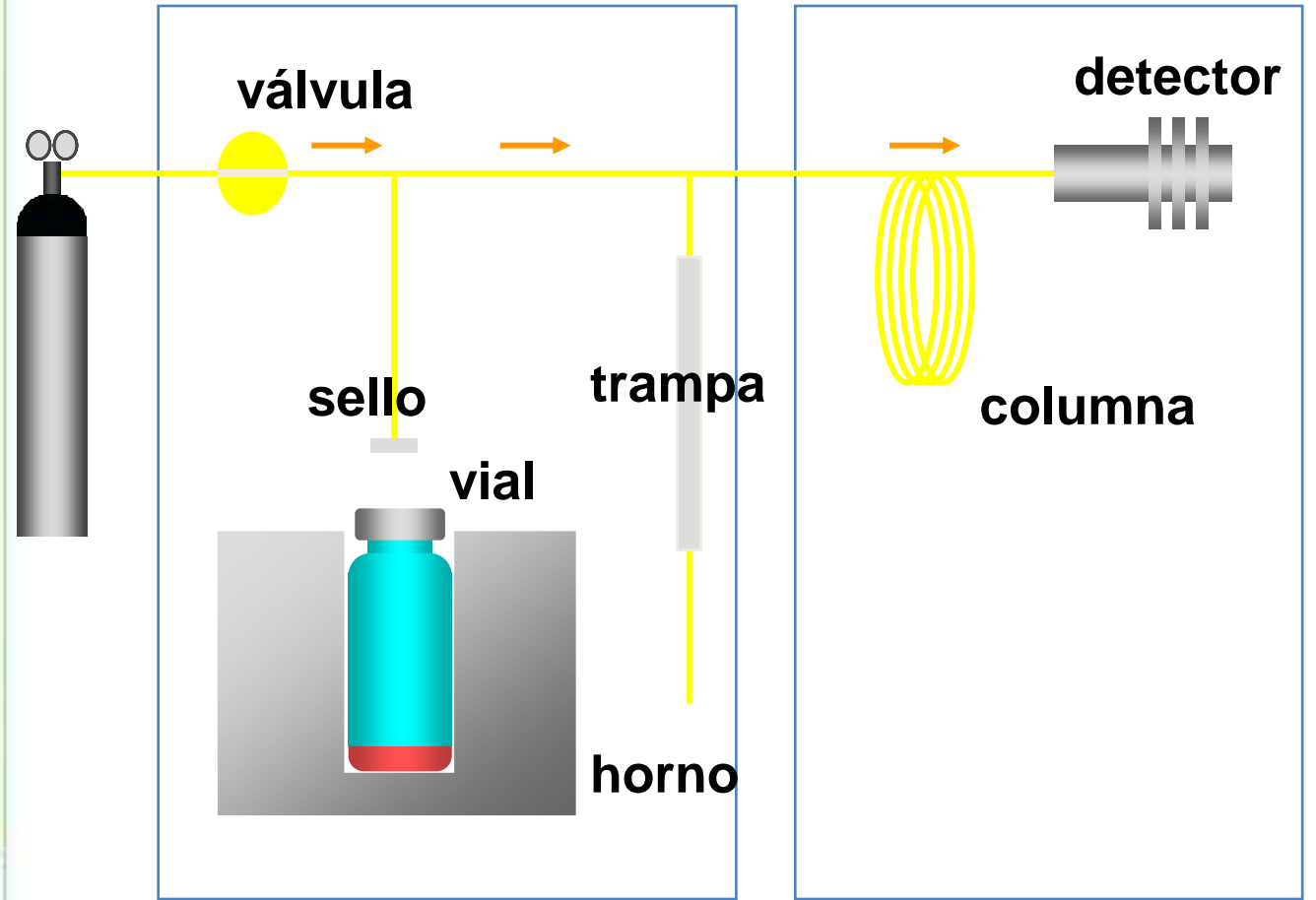


XVIII Congreso
Internacional Ambiental

negocios y soluciones
ambientales



Equilibrio Térmico en el Vial de Muestra



Muestreador de HS

Cromatógrafo de Gas



28-30

SEPTIEMBRE 2010

WTC

Ciudad de México

GREEN
THE **GREEN** EXPO

Good Resources Environmental & Energy Efficiency
EXHIBITION & CONFERENCES



CONTEC 11

XVIII Congreso
Internacional Ambiental

negocios y soluciones
ambientales



www.thegreenexpo.com.mx

Enviro
Pro

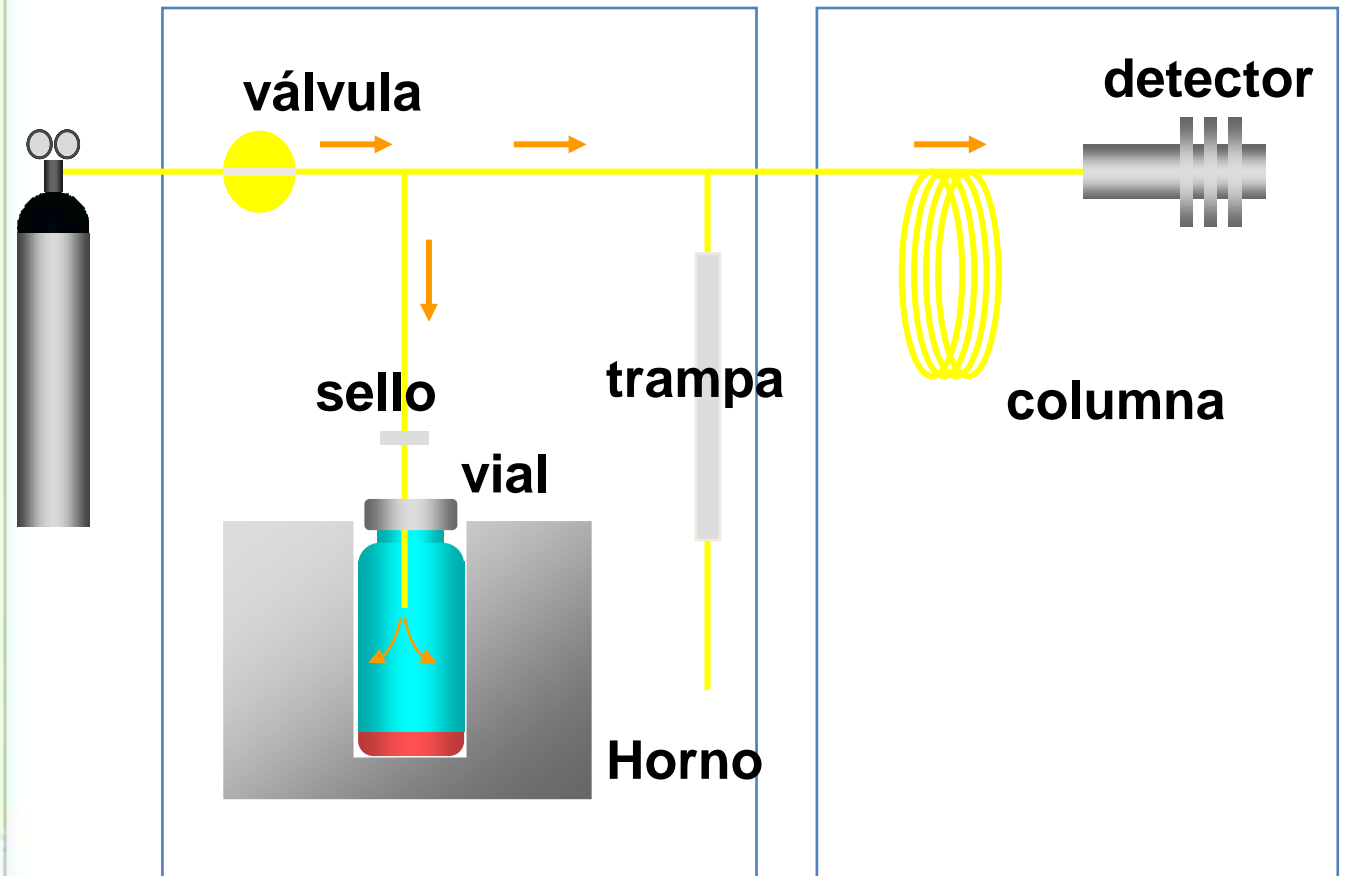
Programa #1426
Clean Energy
& Efficiency

Green
UP

Water
Max

WATER EXPO
Water & Energy

Presurización del Vial



Muestreador de HS

Cromatógrafo de Gas

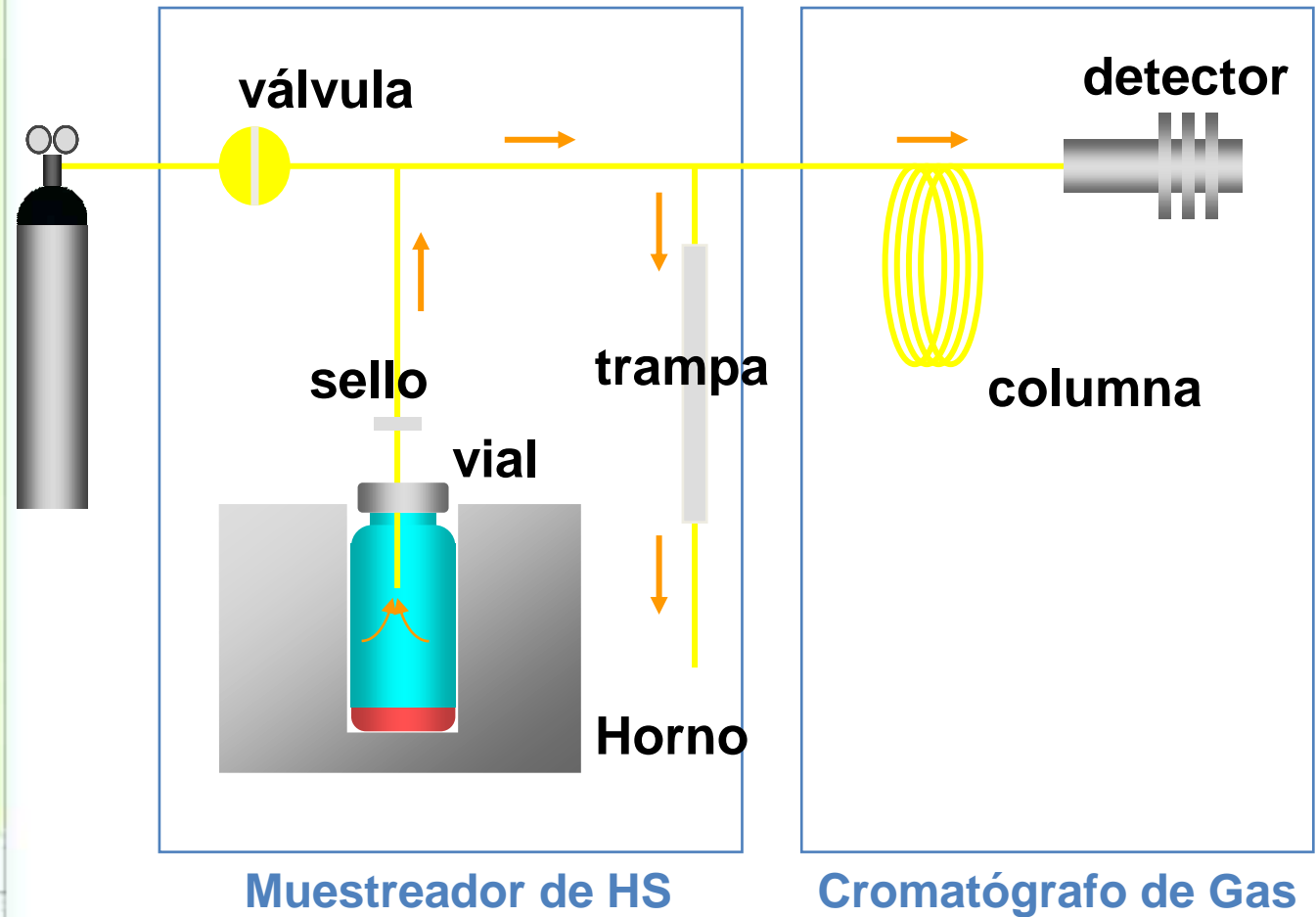


XVIII Congreso
Internacional Ambiental

negocios y soluciones
ambientales



Carga de la Trampa



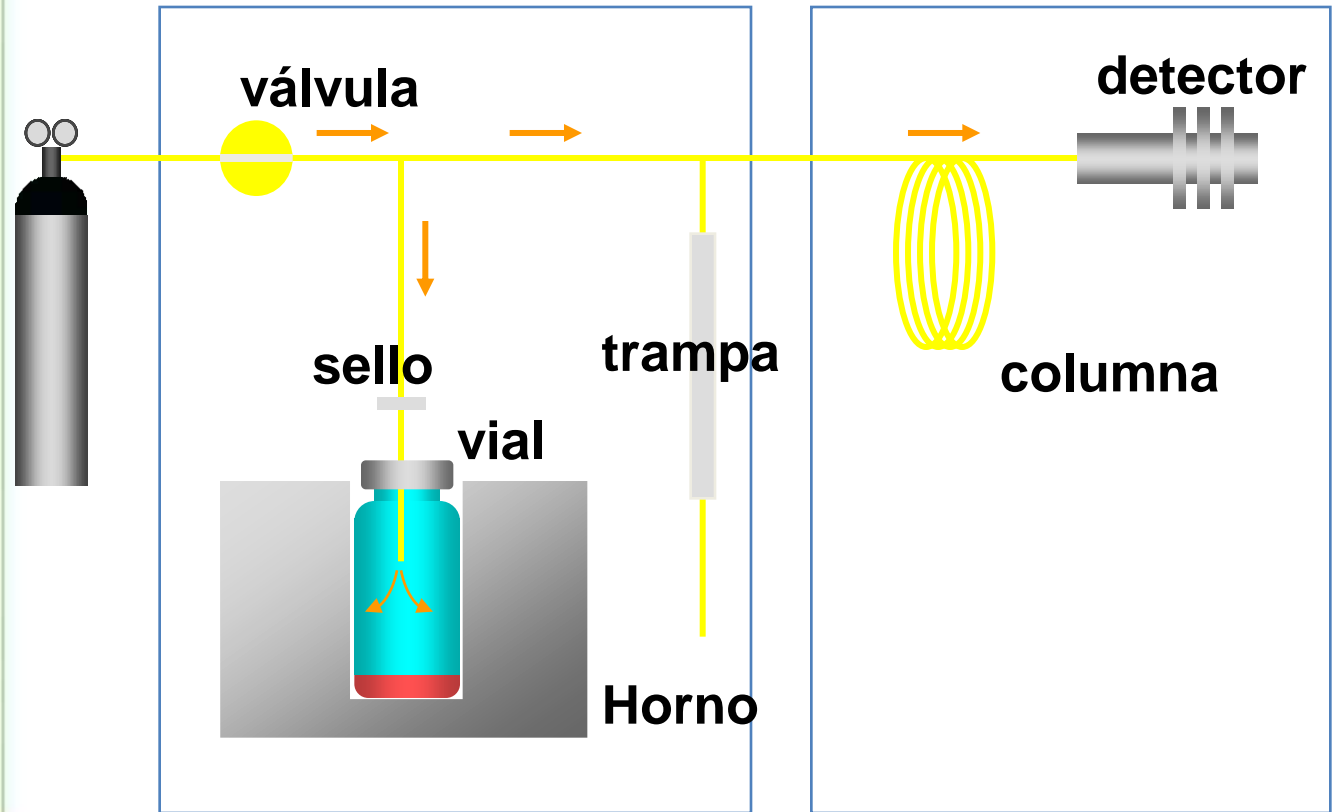


XVIII Congreso
Internacional Ambiental

negocios y soluciones
ambientales



Re-Presurización del Vial



Muestreador de HS

Chromatógrafo de Gas



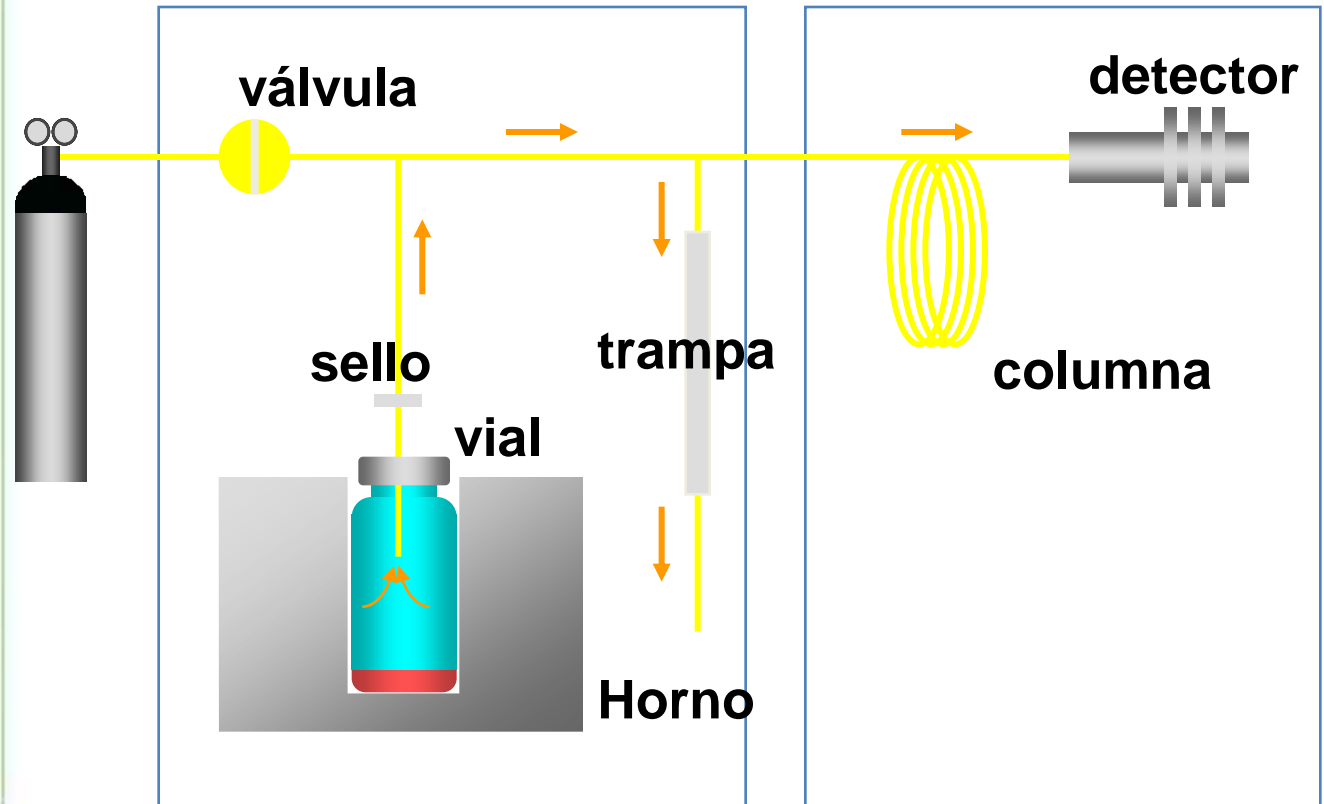
CONTEC 11

XVIII Congreso
Internacional Ambiental

negocios y soluciones
ambientales



Recargado de la Trampa



Muestreador de HS

Cromatógrafo de Gas

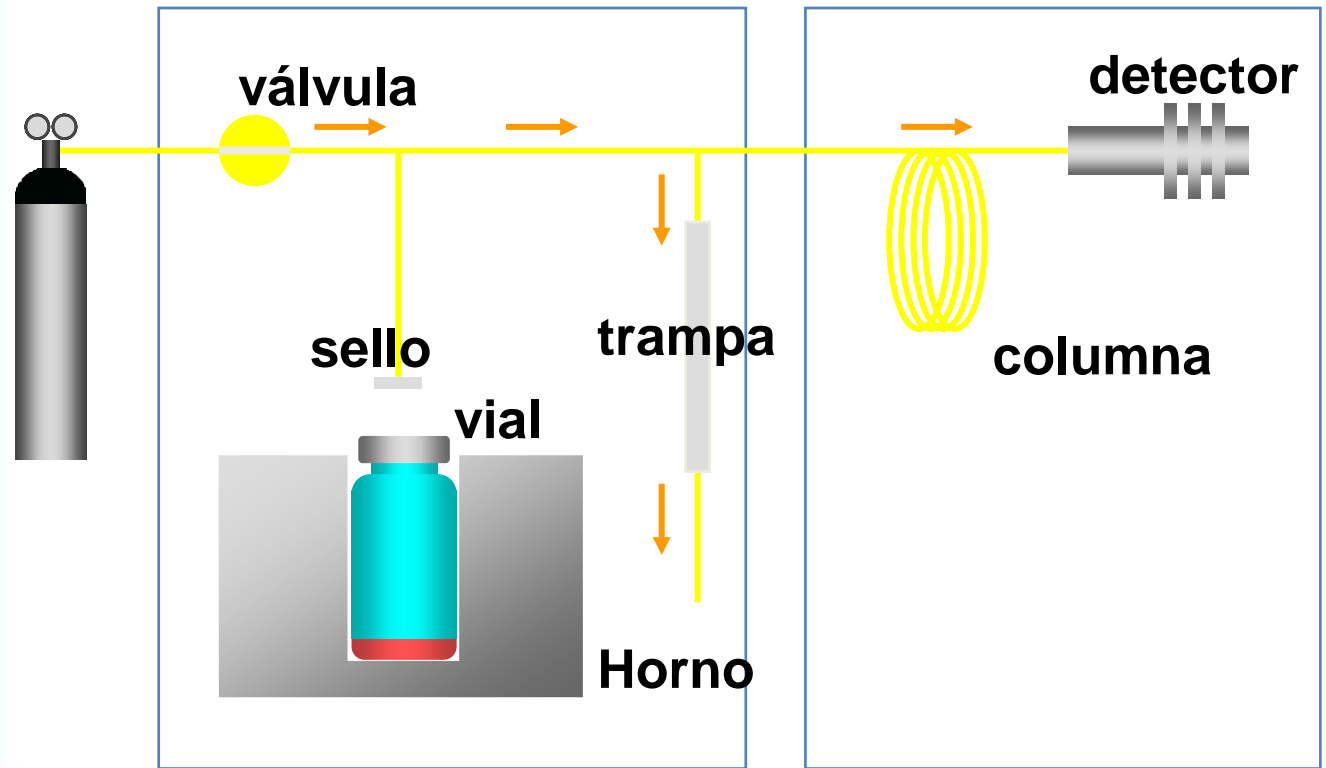


XVIII Congreso
Internacional Ambiental

negocios y soluciones
ambientales



Purga Seca



Muestreador de HS

Cromatógrafo de Gas

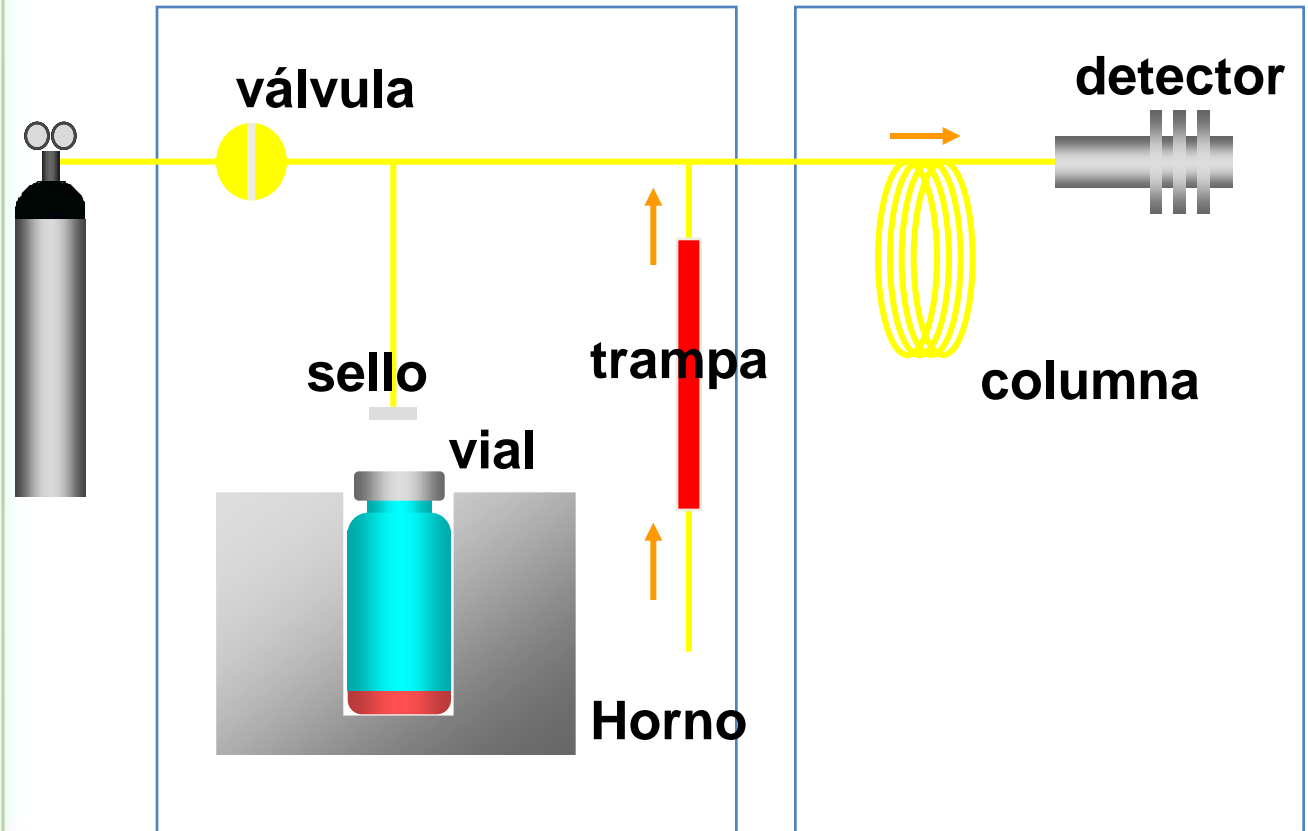


XVIII Congreso
Internacional Ambiental

negocios y soluciones
ambientales



Desorción de la Trampa



Muestreador de HS

Cromatógrafo de Gas

28-30
SEPTIEMBRE 2010

WTC
Ciudad
de México



CONEEC

XVIII Congreso
Internacional Ambiental

negocios y soluciones
ambientales



www.thegreenexpo.com.mx

Enviro
Pro



Green
UP

Water
Max



Método EPA-USA 8260B

- Método para la determinación de Compuestos Orgánicos Volátiles (VOC) en diferentes matrices de muestras por medio de CG/EM capilar
- “Este método es aplicable a casi todos los tipos de muestras, independientemente de su contenido de agua, incluso varios medios de muestreo de aire agua de superficie y agua de pozo, lodos acuosos, licores cáusticos, licores ácidos, solventes de desecho, desechos aceitosos, mousses, alquitrán, desechos fibrosos, emulsiones poliméricas, pastillas de filtración, carbón agotado, catalizadores agotados, suelos y sedimentos.”

28-30
SEPTIEMBRE 2010

WTC
Ciudad
de México

GREEN
THE GREEN EXPO
Good Resources Environment & Energy Efficiency
EXPOSICIÓN Y CONFERENCIAS



CONTEC 10

XVIII Congreso
Internacional Ambiental

negocios y soluciones
ambientales



www.thegreenexpo.com.mx

Enviro
Pro



Green
UP

Water
Max



¿Porqué usar el Headspace con una Trampa para COV?

- Preparación de muestra fácil y conveniente
- Proporciona automuestreador y adsorbente concentrador en un instrumento
- Incrementa la continuidad de las muestras por medio de la sobreposición del calentamiento y extracción del vapor
- Técnica de Purga Seca para remover la humedad
- Recuperación de COV que tienen bajas eficiencias de purga
- Análisis de agua, desechos y suelos empleando un solo instrumento.
- Aislamiento de Columna
- Adición de Estándar Interno
- Sistema disponible para aplicaciones clásicas de HS



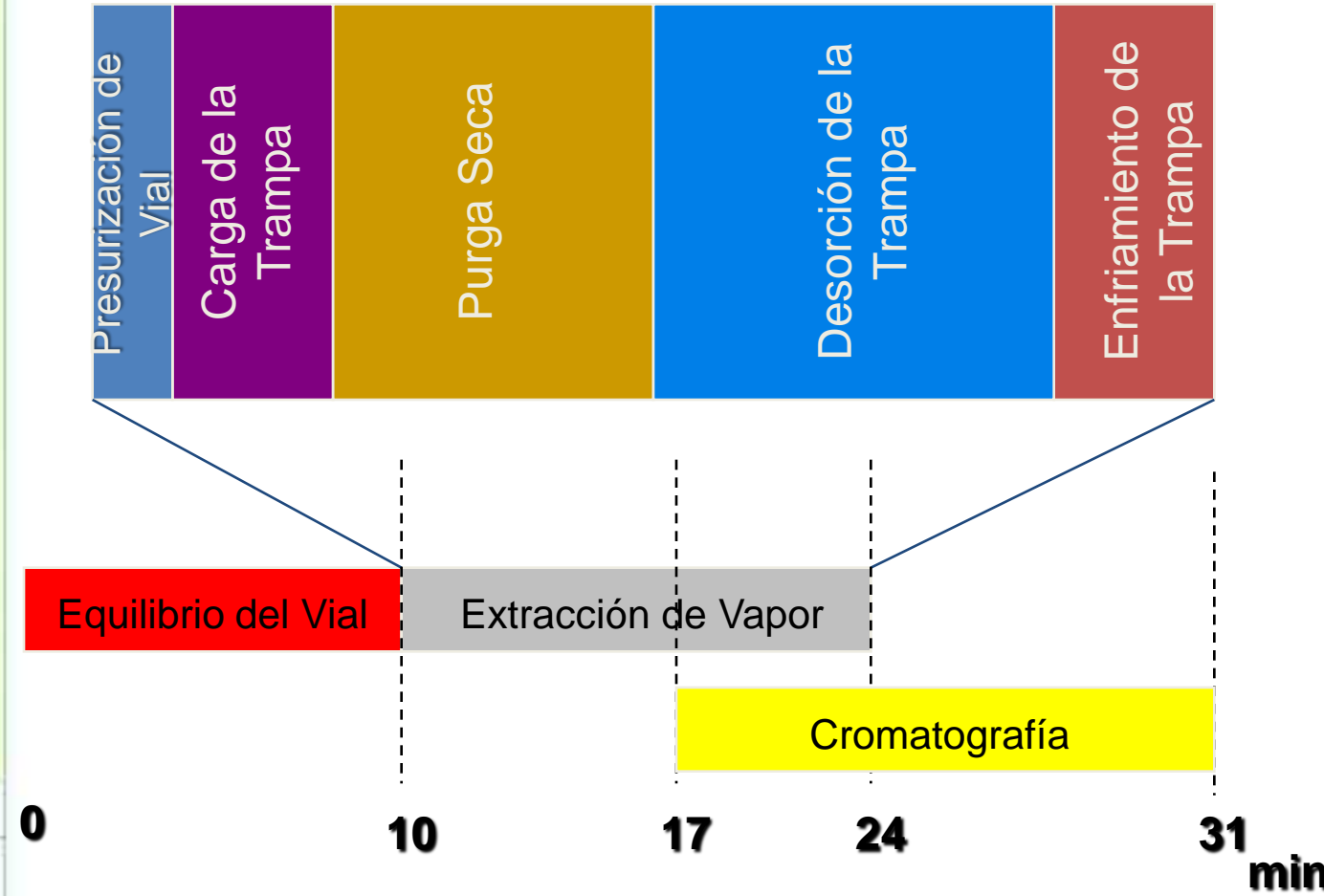


XVIII Congreso
Internacional Ambiental

negocios y soluciones
ambientales



Diagrama de Tiempos del Sistema



Parámetros del Instrumento para el 8260B

28-30
SEPTIEMBRE 2010

WTC
Ciudad de México

GREEN
THE GREEN EXPO
Good Resources Environment & Energy Alliance
EXPOSICIÓN Y CONFERENCIAS



CONIEE

XVIII Congreso
Internacional Ambiental

negocios y soluciones
ambientales



www.thegreenexpo.com.mx

Enviro
Pro



Green
UP

Water
Max



Sist. de Muestreo PerkinElmer TurboMatrix™
110 Headspace Trap

Aguja 90 °C

Línea de Transf. 120 °C

Horno 80 °C

Trampa (baja) 40 °C

Trampa (alta) 280 °C

Purga seca 5 min

Espera de Trampa 5 min

Tiempo de Calent. 10 min

Tiempo de Pres. 1 min

Tiempo de Decay 2 min

Salida de Divisor 15 ml/min

Pres. de Columna 25 psig

Presión de Vial 35 psig

Pres. de Desorción 10 psig

Línea de
Transferencia Sílica Fundida Deac.
20m x 320um



Parámetros del Instrumento para el 8260B

28-30

SEPTIEMBRE 2010

WTC

Centro de México

GREEN
THE GREEN EXPO
Good Resources Environment & Energy Efficiency
EXPOSICIÓN Y CONFERENCIAS



CONTEC 11

XVIII Congreso
Internacional Ambiental

negocios y soluciones
ambientales



www.thegreenexpo.com.mx

Enviro
Pro



Green
UP

Water
Max



CG	PerkinElmer Clarus™ 500
Programa de Horno	40 °C desp. 10 °C/min a 100 °C, desp. 30 °C/min a 240 °C y espera por 4min
Columna	Elite Volátiles - 30m x 250u x 1.4um
Espectrómetro de Masas	PerkinElmer Clarus™ 500 MS
R. De Masas	35-300 uma
Software	TurboMass™ 5.0





CONTEC

XVIII Congreso
Internacional Ambiental

negocios y soluciones
ambientales



www.thegreenexpo.com.mx

Enviro
Pro



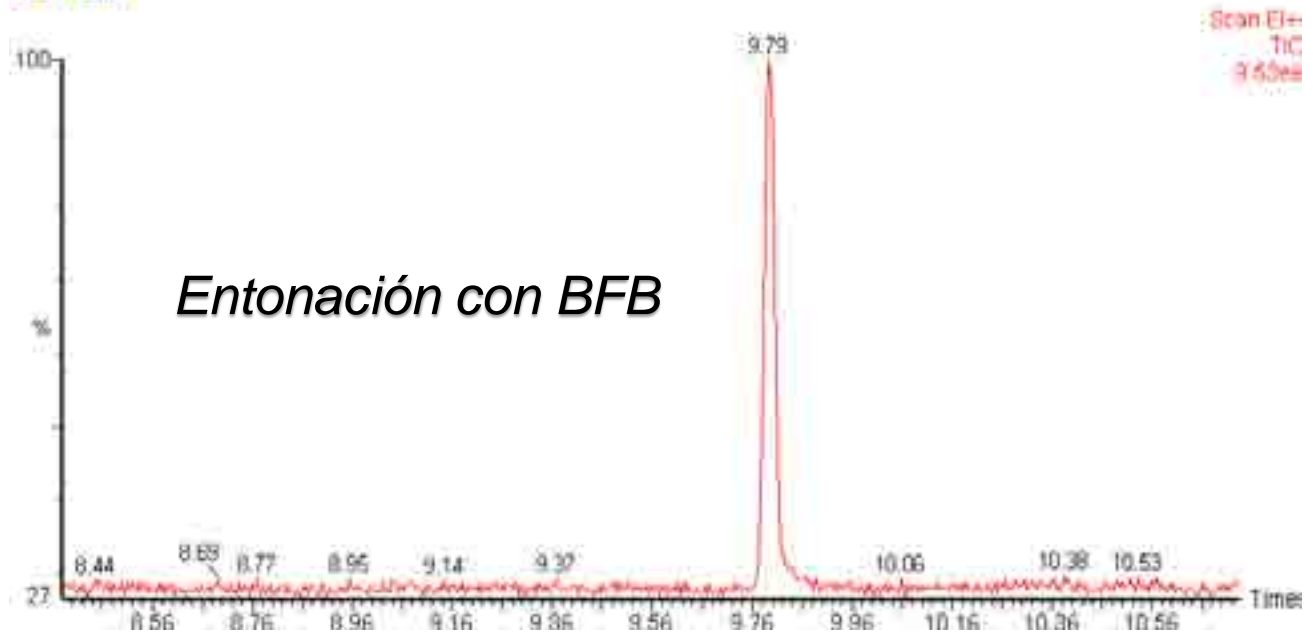
Green
UP

Water
Max



1^{er} Paso– EPA 8260B

BFB Test



Entonación con BFB

28-30
SEPTIEMBRE 2010

WTC
Ciudad
de México



CONTEC 10

XVIII Congreso
Internacional Ambiental

negocios y soluciones
ambientales



www.thegreenexpo.com.mx

Enviro
Pro



Presente #14,254
Clean Energy
& Efficiency

Green
UP

Water
Max



1^{er} Paso– EPA 8260B

- El estándar de entonación
- 4- Bromofluorobenceno puede ser agregado como líquido al vial de HS o como vapor, utilizando el accesorio de adición de estándar interno

EPA Report

Test: BFB 624/8260 TEST Result: Test Passed OK

Mass	Reference Mass	Relative Abundance	Criterion	Pass/Fail
			COMBINE(1932:1941)-(1801:1910)	Pass
50	95	17.3%	>= 15% and <= 40%	Pass
75	95	49.8%	>= 30% and <= 60%	Pass
95	BPI	100%	= 100%	Pass
96	95	6.7%	>= 5% and <= 9%	Pass
173	174	0.3%	< 2%	Pass
174	95	80.6%	> 50% and < 100%	Pass
175	174	6.7%	>= 5% and <= 9%	Pass
176	174	96.5%	> 95% and < 101%	Pass
177	176	7.9%	>= 5% and <= 9%	Pass

Print Options Print



XVIII Congreso
Internacional Ambiental

negocios y soluciones
ambientales



2ºPaso – EPA 8260B

- Se puede correr una curva de 5 niveles y puede pasar con RSDs mejores del 15%.
- Estándares Internos y Sustitutos - 50ppb.

	File Name	MS Method	GC Method	Sample Type	Quantify Method	Calibration Curve	File Text	Conc A	Conc B	Conc C	Report Method
1	8260blest004	8260	8260	Standard	8260fin	8260b27new	5	5	50	50	
2	8260blest006	8260	8260	Standard	8260fin	8260b27new	20	20	50	50	
3	8260blest012	8260	8260	Standard	8260fin	8260b27new	50	50	50	50	
4	8260blest016	8260	8260	Standard	8260fin	8260b27new	100	100	50	50	
5	8260blest020	8260	8260	Standard	8260fin	8260b27new	200	200	50	50	5levelcal

Calibración Inicial

28-30
SEPTIEMBRE 2010

WTC
Ciudad de México

Precisión, Linearidad y Detectabilidad



CONECCO

XVIII Congreso
Internacional Ambiental

negocios y soluciones
ambientales



www.thegreenexpo.com.mx

Enviro
Pro



Green
UP

Water
Max



Elution	Type	Compound Name	¹ Retention Time	Primary Ion	Average RF	% RDS	%RSD Required		MDL (ppb)
							to Pass	² Linearity	
1	Target	Dichlorodifluoromethane	1.27	85	0.50	14.37	15%	0.99988	0.03
2	Target_SPCC	Chloromethane	1.40	50	0.38	12.80	15%	0.99461	0.04
3	Target_CCC	Vinyl Chloride	1.45	62	0.52	7.61	30%	0.99895	0.18
4	Target	Bromomethane	1.66	94	0.19	9.21	15%	0.99666	0.22
5	Target	Chloroethane	1.74	64	0.03	13.36	15%	0.97185	0.5
6	Target	Trichlorofluoromethane	1.83	101	0.44	11.59	15%	0.99260	0.05
7	Target	Diethylether	2.07	74	0.08	7.71	15%	0.99917	1.1
8	Target_CCC	1,1-Dichloroethene	2.22	96	0.34	5.80	30%	0.99989	0.11
9	Target	Carbondisulfide	2.59	76	0.11	10.13	15%	0.99980	0.14
10	Target	Allyl Chloride	2.59	41	0.34	10.94	15%	0.99959	0.07
11	Target	Methylene Chloride	2.68	84	0.18	5.22	15%	0.99989	0.15
12	Target	trans-1,2-Dichloroethene	2.81	96	0.30	6.50	15%	0.99979	0.13
13	Target_SPCC	1,1,-Dichloroethane	3.32	63	0.44	3.28	15%	1.00000	0.06
14	Target	Chloroprene	3.29	88	0.23	8.40	15%	0.99965	
15	Target	Acrylonitrile	3.30	53	0.35	10.08	15%	0.99985	0.07
16	Target	cis-1,2,-Dichloroethene	3.79	96	0.21	5.04	15%	0.99992	0.12
17	Target	2,2,-Dichloropropane	3.88	77	0.28	10.34	15%	0.99933	0.42
18	Target	Bromochloromethane	3.96	128	0.06	3.87	15%	0.99986	0.81
19	Target_CCC	Chloroform	4.04	83	0.28	3.34	30%	0.99999	0.07
20	Target	Carbontetrachloride	4.14	117	0.22	10.79	15%	0.99950	0.11
21	Target	Methyl acrylate	4.17	55	0.07	9.92	15%	0.99977	0.21
22	Target	Tetrahydrofuran	4.18	42	0.04	11.87	15%	0.99929	0.7
23	Surrogate	Dibromofluoromethane	4.12	111	0.16	3.29	15%		0.07
24	Target	1,1,1-Trichloroethane	4.22	97	0.41	9.18	15%	0.99976	0.1
25	Target	1,1-Dichloropropene	4.34	75	0.40	9.05	15%	0.99922	0.4
26	Target	Benzene	4.56	78	0.96	6.32	15%	0.99988	0.07
27	Target	Propionitrile	4.61	54	0.01	7.54	15%	0.99968	0.58
28	Target	Methacrylonitrile	4.63	67	0.03	10.67	15%	0.99938	0.6
29	Target	1,2-Dichloroethane	4.76	62	0.11	3.56	15%	0.99995	0.18
30	Internal Standard	Fluorobenzene	4.97	96			15%		
31	Target	Trichloroethylene	5.14	95	0.29	5.86	15%	0.99959	0.1
32	Target	Dibromomethane	5.56	93	0.04	10.10	15%	0.99960	1
33	Target_CCC	1,2-Dichloropropane	5.68	63	0.16	2.74	30%	0.99999	0.403
34	Target	Bromodichloromethane	5.76	83	0.13	5.14	15%	0.99979	0.103
35	Target	Methyl methacrylate	5.95	69	0.08	14.69	15%	0.99885	0.78
36	Target	cis-1,3-Dichloropropene	6.44	75	0.10	8.34	15%	0.99623	0.217
37	Surrogate	Toluene-d8	6.64	98	0.99	2.82	15%		
38	Target_CCC	Toluene	6.70	91	1.08	5.05	30%	0.99988	0.063
39	Target	Tetrachloroethylene	7.12	164	0.67	10.30	15%	0.99547	0.12
40	Target	trans-1,3-Dichloropropene	7.20	75	0.16	10.11	15%	0.99908	0.264



XVIII Congreso
Internacional Ambiental

negocios y soluciones
ambientales



77 Componentes, 6 Estándares Internos y 3 sustitutos

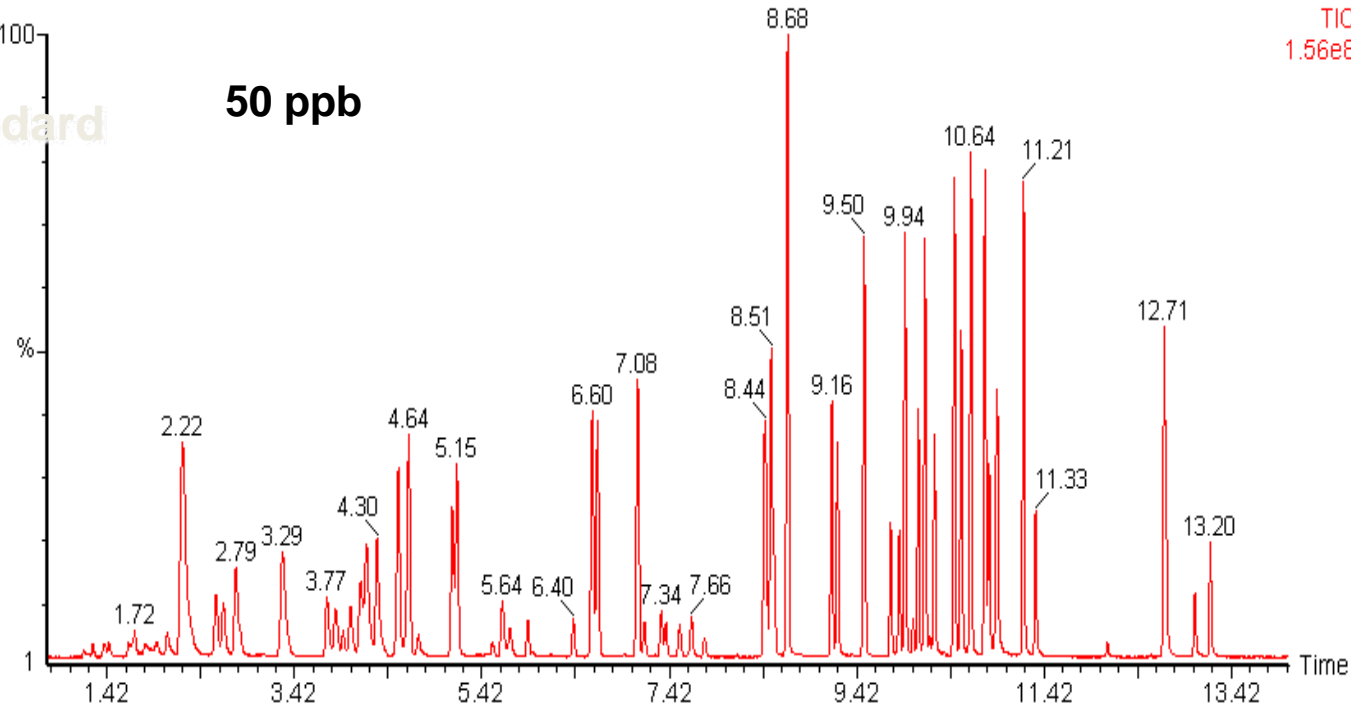
50

8260btest012

Scan EI+
TIC
1.56e8

50 ppb Standard

50 ppb



Horno - 40(0)-10-100(0)-30-240

Elite Volátiles - 30m x 250u x 1.4u



XVIII Congreso
Internacional Ambiental

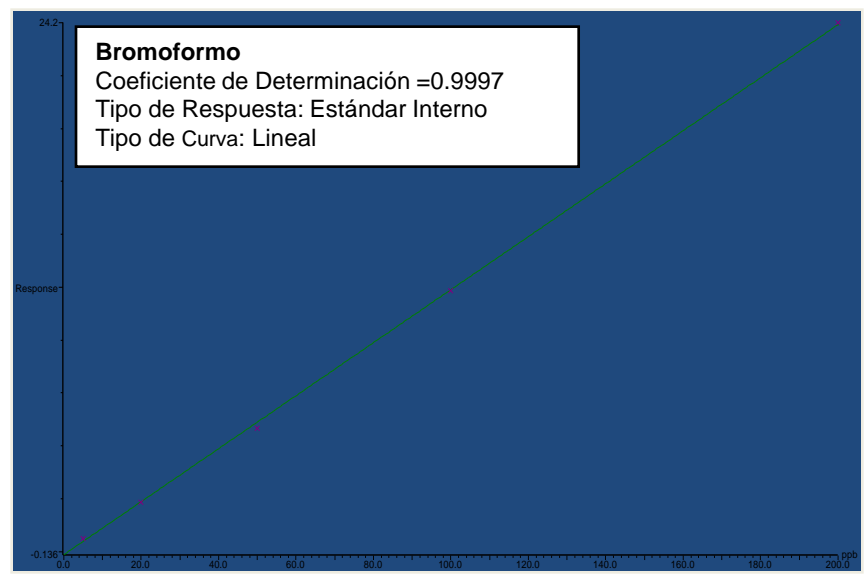
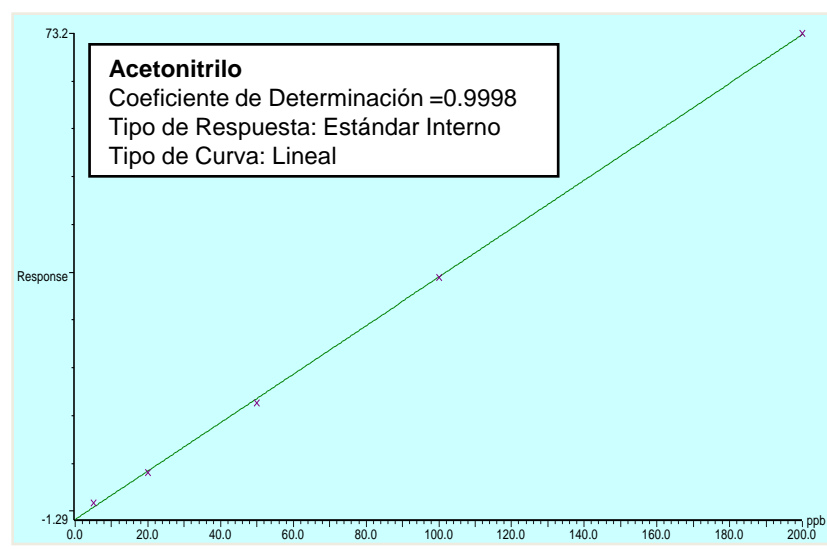
negocios y soluciones
ambientales



www.thegreenexpo.com.mx



Curvas de Calibración



28-30
SEPTIEMBRE 2010

WTC
Ciudad de México



CONTEC

XVIII Congreso
Internacional Ambiental

negocios y soluciones
ambientales



www.thegreenexpo.com.mx

Enviro
Pro



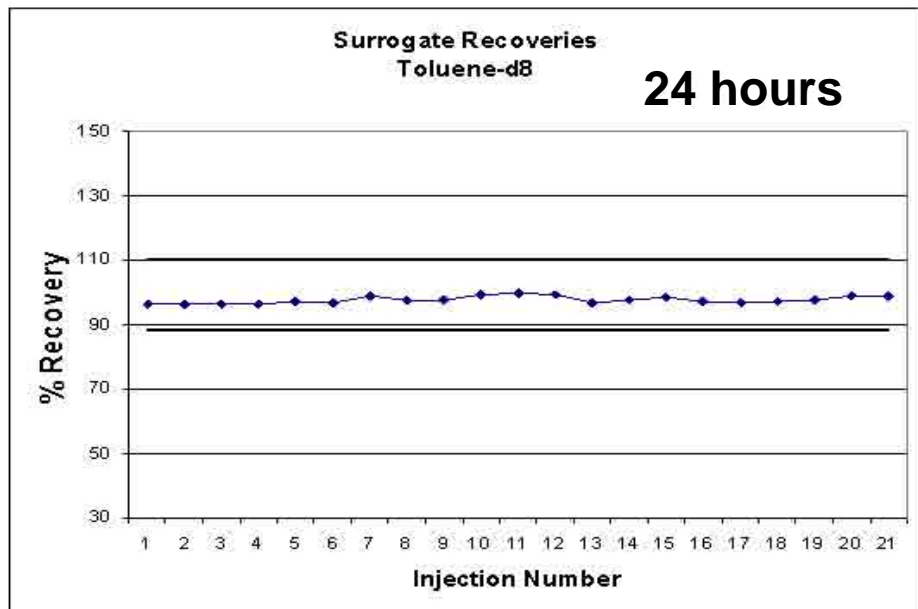
Green
UP

Water
Max



Resultados de Recuperación de los Sustitutos

<u>Surrogate Compound</u>	<u>Water Limit</u>	<u>Actual Recovery</u>
4-Bromofluorobenzene	86-115	104
		102
		100
		102
		97
Toluene-d8	88-110	98
		98
		99
		100
		100
Dibromofluoromethane	86-118	108
		101
		96
		92
		88





XVIII Congreso
Internacional Ambiental

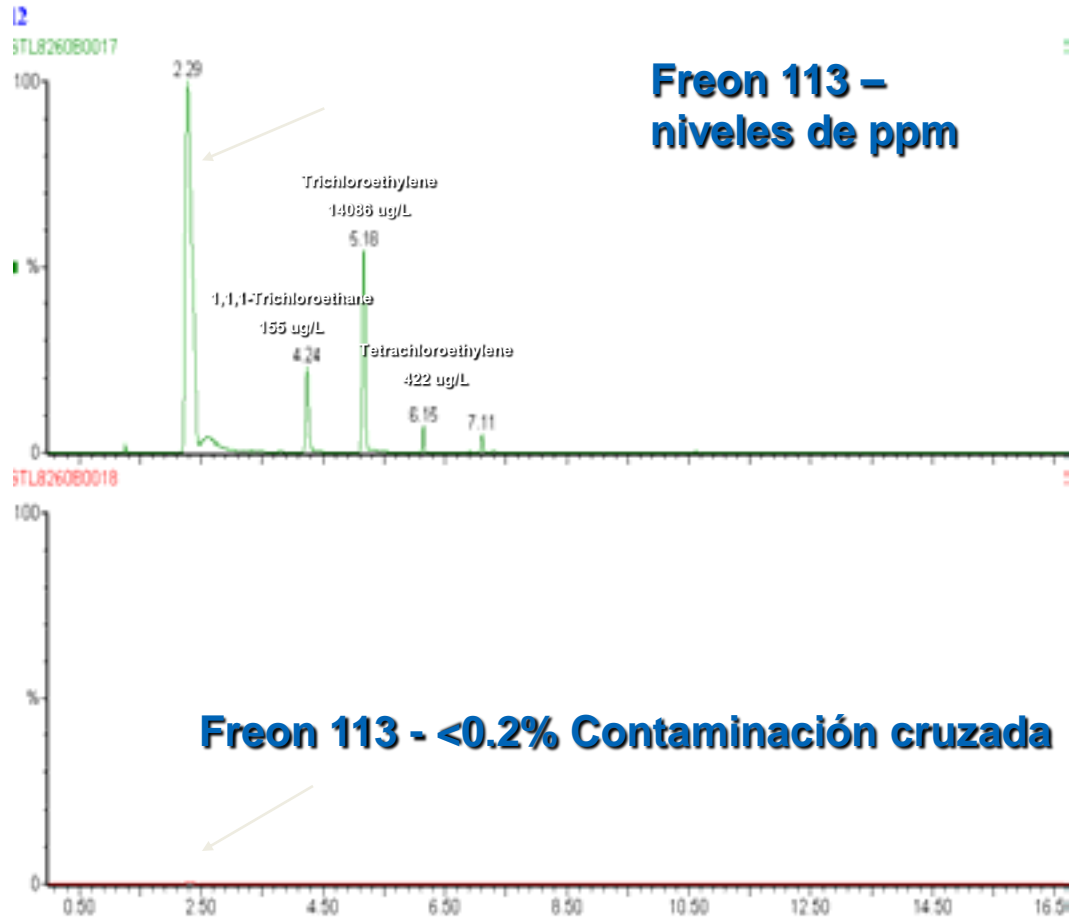
negocios y soluciones
ambientales



www.thegreenexpo.com.mx



Muestra real de un cliente con el Método 8260



La Trampa muestra muy baja
contaminación cruzada



CONTEC

XVIII Congreso
Internacional Ambiental

negocios y soluciones
ambientales



www.thegreenexpo.com.mx

Enviro
Pro



Green
UP

Water
Max



INFLUENCIA DE LA MATRIZ

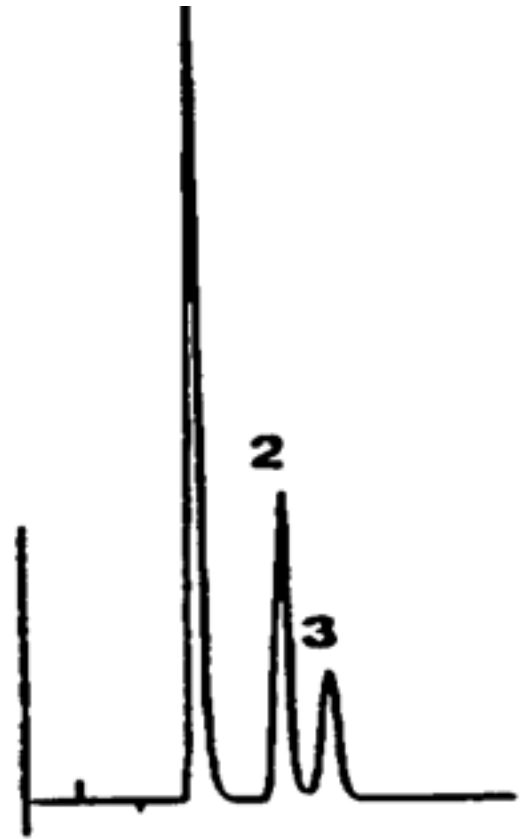
TECNICA DE AGREGADO DE SAL- HS

- 1 = IPA
- 2 = ACETONA
- 3 = TOLUENO

SIN SAL



CON SAL





CONTEC
XVIII Congreso
Internacional Ambiental

negocios y soluciones
ambientales



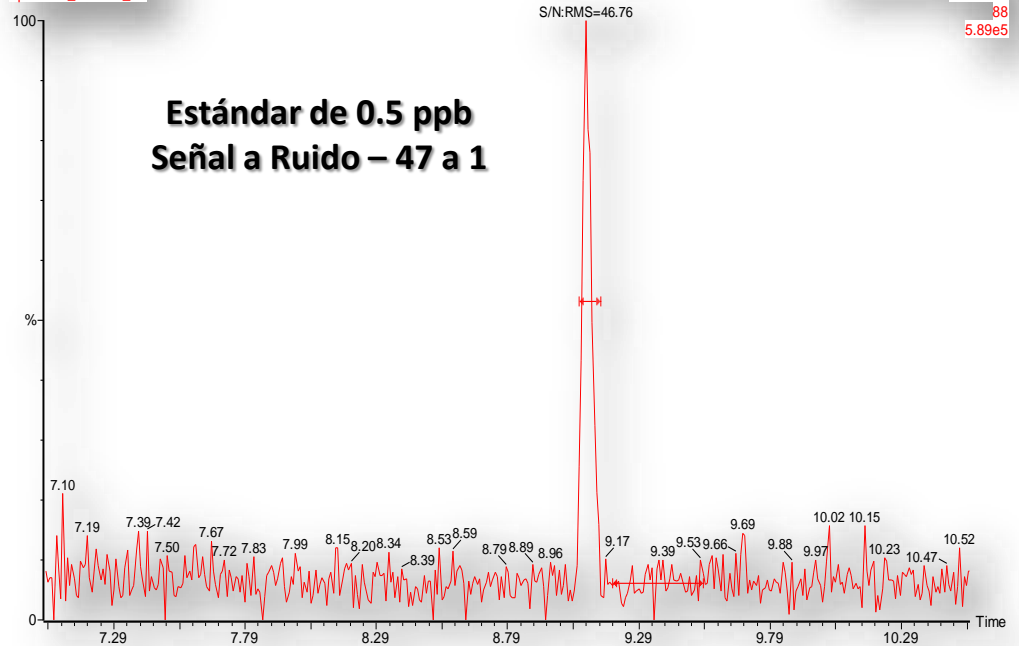
www.thegreenexpo.com.mx



Headspace Trap

0.5 ppb std w/salt
Spectrum_010705_14

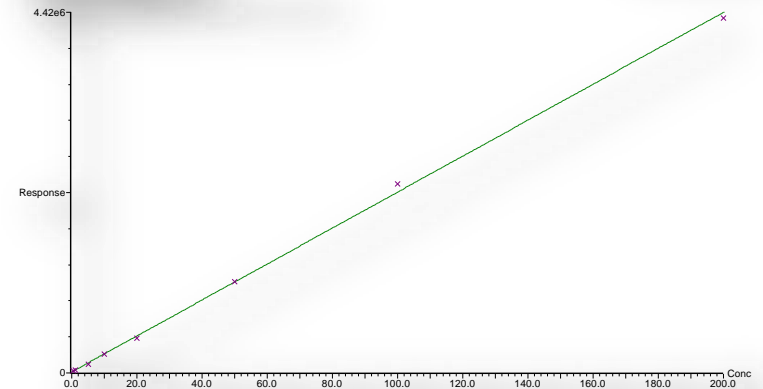
08-Jan-2005 + 03:42:24
Scan E+
88
5.89e5



Estándar de 0.5 ppb
Señal a Ruido – 47 a 1

22-Oct-2004 + 14:40:59

Compound 1 name: Dioxane
Coefficient of Determination: 0.99896
Calibration curve: 22023.8 * x + 12634.7
Response type: External Std, Area
Curve type: Linear, Origin: Exclude, Weighting: 1/x, Axis trans: None



**Dioxano – Intervalo de
Calibración – 0.5 to 200 ppb**

**Curva calculada – lineal y
pesada 1/X - r2 = 0.99896**



XVIII Congreso
Internacional Ambiental

negocios y soluciones
ambientales



www.thegreenexpo.com.mx



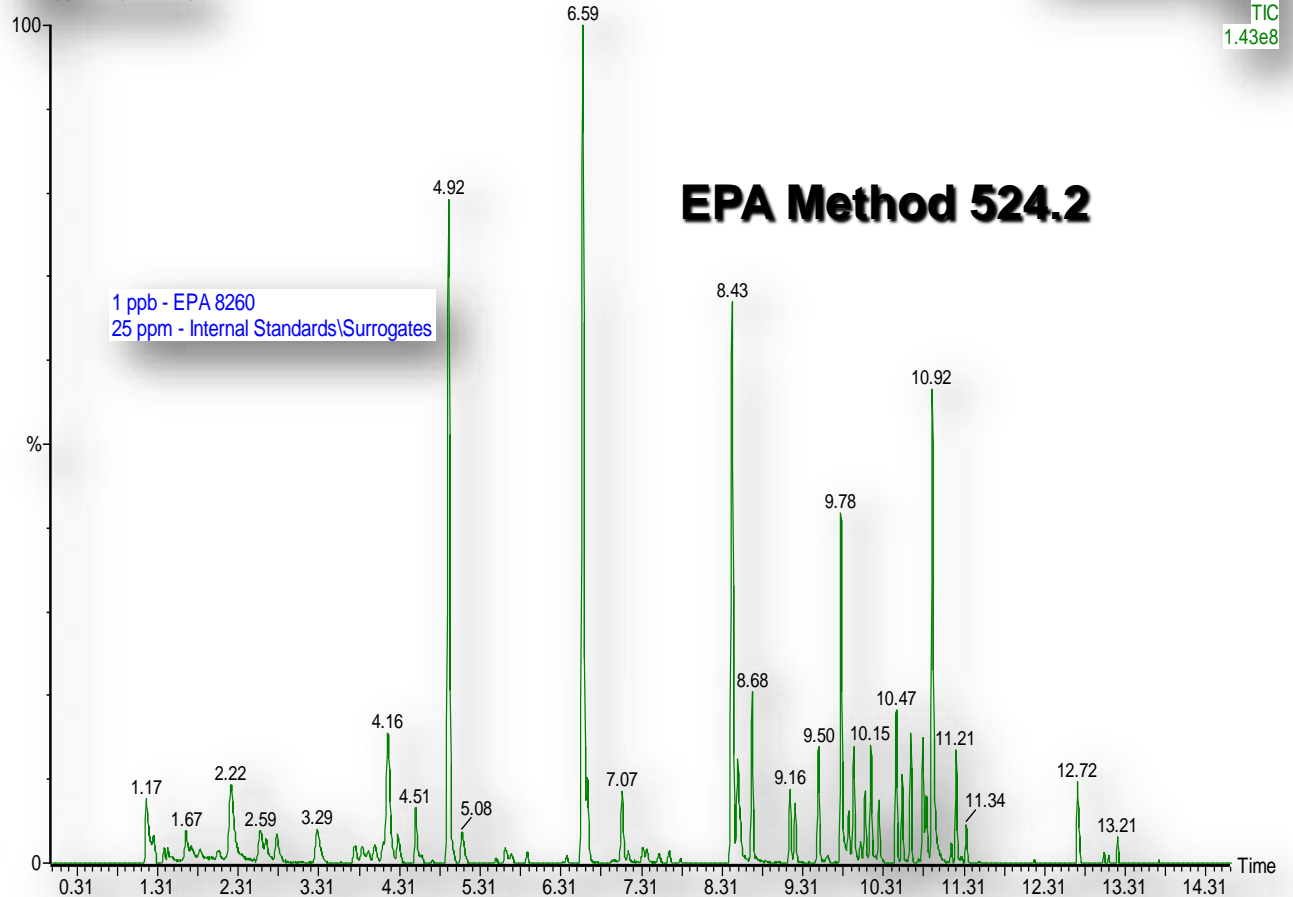
Otros métodos EPA:

1ppb

82601ppb Sb (3,40.00)

, 29-Jul-2004 + 20:05:28

Scan EH+
TIC
1.43e8



**EPA 5021 (Headspace Estándar), o
EPA 524.2 (Agua Potable)**



XVIII Congreso
Internacional Ambiental

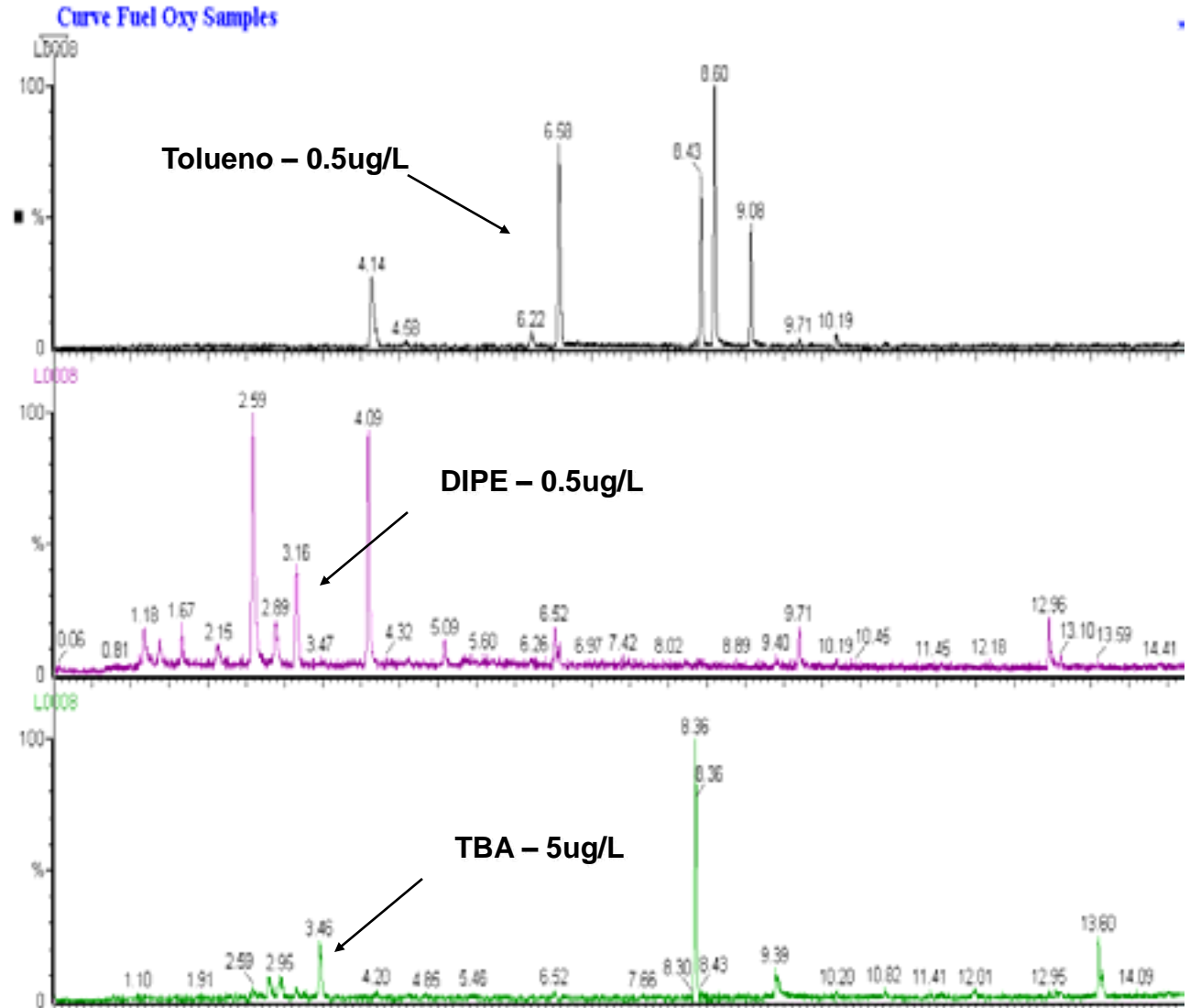
negocios y soluciones
ambientales



www.thegreenexpo.com.mx



Oxigenados en Combustibles



28-30

SEPTIEMBRE 2010

WTC

Centro
de México

GREEN
THE GREEN EXPO

Good Resources Environmental & Energy Efficiency
EXHIBITION & CONFERENCES



CONTEC 10

XVIII Congreso
Internacional Ambiental

negocios y soluciones
ambientales



www.thegreenexpo.com.mx

Enviro
Pro



Green
UP

Water
Max



Conclusiones

- El headspace trampa pasa todos los requisitos del método de la EPA 8260B.
 - Entonación del instrumento con BFB
 - Recuperación de Sustitutos
 - Calibración Inicial
 - Estabilidad del Estándar Interno
 - Límites de Detección
- En adición, la trampa ofrece otras ventajas como:
 - Preparación fácil de la muestra
 - Análisis de agua, desechos y suelos empleando un solo instrumento.
 - Calentamiento sobrepuesto
 - Purga seca
 - Aislamiento de Columna
 - Automuestreador y Concentrador en un solo instrumento
 - No existe vidriería delicada