

Calidad del agua

Determinación de alcanos policlorados de cadena corta (SCCP) en agua

Método por cromatografía de gases-espectrometría de masas (GC-MS) con ionización química negativa (NCI) (ISO 12010:2019)

Esta norma ha sido elaborada por el comité técnico CTN 77 *Medio ambiente*, cuya secretaría desempeña UNE.

EXTRACTO DEL DOCUMENTO UNE-EN ISO 12010

UNE-EN ISO 12010

Calidad del agua

Determinación de alcanos policlorados de cadena corta (SCCP) en agua
Método por cromatografía de gases-espectrometría de masas (GC-MS) con
ionización química negativa (NCI)
(ISO 12010:2019)

Water quality. Determination of short-chain polychlorinated alkanes (SCCP) in water. Method using gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) and negative-ion chemical ionization (NCI) (ISO 12010:2019).

Qualité de l'eau. Détermination des alcanes polychlorés à chaîne courte (SCCP) dans l'eau. Méthode par chromatographie gazeuse-spectrométrie de masse (CG-SM) avec ionisation chimique négative (ICN) (ISO 12010:2019).

Esta norma es la versión oficial, en español, de la Norma Europea EN ISO 12010:2019, que a su vez adopta la Norma Internacional ISO 12010:2019.

Esta norma anula y sustituye a la Norma UNE-EN ISO 12010:2014.

EXTRACTO DEL DOCUMENTO UNE-EN ISO 12010

Las observaciones a este documento han de dirigirse a:

Asociación Española de Normalización

Génova, 6
28004 MADRID-España
Tel.: 915 294 900
info@une.org
www.une.org
Depósito legal: M 7146:2020

© UNE 2020

Prohibida la reproducción sin el consentimiento de UNE.

Todos los derechos de propiedad intelectual de la presente norma son titularidad de UNE.

Índice

Prólogo europeo	6
Declaración.....	6
Prólogo.....	7
0 Introducción.....	8
1 Objeto y campo de aplicación.....	8
2 Normas para consulta.....	8
3 Términos y definiciones.....	9
4 Fundamento	9
5 Interferencias	10
6 Reactivos y patrones	11
6.1 Disolventes para extracción y preparación de las soluciones madre	11
6.2 Soluciones madre de SCCP de referencia.....	11
6.3 Soluciones madre de patrón interno preparado a partir de congéneres individuales	13
6.4 Soluciones de calibrado	13
6.5 Materiales para la extracción y la purificación	14
7 Aparatos.....	14
8 Muestreo y pretratamiento de las muestras	15
9 Procedimiento	16
9.1 Extracción por el método de extracción líquido-líquido	16
9.2 Extracción de muestras con elevado contenido de materias en suspensión	16
9.3 Purificación del extracto.....	16
9.4 Medición e integración del cromatograma	18
9.5 Calibrado	19
9.5.1 Generalidades.....	19
9.5.2 Calibrado básico.....	19
9.5.3 Identificación y cuantificación con combinaciones de fragmentos de masa	21
9.5.4 Cálculo de los resultados	21
9.5.5 Comprobaciones de calidad del calibrado con patrón interno.....	21
10 Expresión de resultados	22
11 Informe de ensayo.....	22
Anexo A (Normativo) Soluciones independientes para las verificaciones de control de calidad	23
Anexo B (Informativo) Fundamento del calibrado de la suma de SCCP por regresión lineal múltiple	25
Anexo C (Informativo) Condiciones típicas de cromatografía de gases - espectrometría de masas.....	32

Anexo D (Informativo)	Cromatogramas típicos obtenidos para soluciones patrón y soluciones para verificaciones de control de calidad de 1 µg/ml.....	35
Anexo E (Informativo)	Representación de la bondad del ajuste	41
Anexo F (Normativo)	Procedimiento alternativo de purificación con columna cromatográfica	42
Anexo G (Informativo)	Procedimiento de purificación por cromatografía de exclusión molecular	45
Anexo H (Informativo)	Cromatogramas de muestras reales de MES.....	46
Anexo I (Informativo)	Resultados del procedimiento	50
Bibliografía		52

1 Objeto y campo de aplicación

Este documento especifica un método para la determinación cuantitativa de la suma de *n*-alcanos policlorados de cadena corta, también conocidos como parafinas policloradas de cadena corta (SCCP, *short-chain polychlorinated paraffins*), que tengan una cadena carbonada comprendida entre *n*-C₁₀ y *n*-C₁₃ ambos inclusive, en mezclas cuya fracción másica de cloro (“contenido”) varíe entre el 50% y el 67%, lo que incluye aproximadamente 6 000 de alrededor de 8 000 congéneres.

Este método es aplicable a la determinación de la suma de SCCP en aguas superficiales no filtradas, aguas subterráneas, aguas potables y aguas residuales, utilizando cromatografía de gases – espectrometría de masas con ionización negativa por captura de electrones (GC-ECNI-MS, *Gas Chromatography - Electron Capture Negative Ionization - Mass Spectrometry*).

Dependiendo de la capacidad del equipo de GC-ECNI-MS, el rango de concentraciones del método va de 0,1 µg/l, o menos, a 10 µg/l. Dependiendo de la matriz del agua residual, la mínima concentración detectable se estima que es > 0,1 µg/l. En el anexo I, se indican los datos del ensayo interlaboratorios relativo a este método.

2 Normas para consulta

En el texto se hace referencia a los siguientes documentos de manera que parte o la totalidad de su contenido constituyen requisitos de este documento. Para las referencias con fecha, solo se aplica la edición citada. Para las referencias sin fecha se aplica la última edición (incluida cualquier modificación de esta).

ISO 5667-1, *Calidad del agua. Muestreo. Parte 1: Guía para el diseño de los programas de muestreo y técnicas de muestreo.*

ISO 5667-3, *Calidad del agua. Muestreo. Parte 3: Conservación y manipulación de las muestras de agua.*

ISO 8466-1, *Water quality. Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics. Part 1: Statistical evaluation of the linear calibration function.*

ISO/TS 13530, *Water quality. Guidance on analytical quality control for chemical and physicochemical water analysis.*