

Desarrollo de un método para la determinación de Hidrocarburos Aromáticos Polinucleares (PAHs)

Flores, F.; Ruiz de Arechavaleta, M.; Rosso, A.

Centro de Investigación y Desarrollo sobre Contaminantes Orgánicos Especiales (CISCOE)

OBJETIVO

El trabajo tiene como objetivo la puesta a punto de la determinación de Hidrocarburos Aromáticos Polinucleares (PAHs) en muestras ambientales mediante la técnica de Cromatografía Gaseosa. Estos compuestos son moléculas de anillos aromáticos condensados y pueden generarse por la combustión incompleta de material orgánico como carbón, petróleo, tabaco y se hallan muy difundidos en el planeta. Respecto de la evaluación toxicológica, el Benzo(a)pireno es uno de los compuestos más ampliamente estudiados dentro de esta familia ya que el organismo lo puede metabolizar hacia una forma carcinogénica. Aunque son relativamente insolubles en agua, su naturaleza peligrosa amerita su monitoreo en agua potable y efluentes.

MATERIALES Y METODOS

Equipamiento:

- Cromatógrafo gaseoso Perkin Elmer modelo Autosystem XL GC con detector de ionización de llama e inyector automático para muestras líquidas.
- Cromatógrafo gaseoso con Espectrómetro de masas Shimadzu modelo QP5050.
- Sistema para Microextracción en fase sólida (SPME)-Supelco.
- Fibra para microextracción en fase sólida recubierta con polidimetilsiloxano (PDMS) de 7µm de espesor.

Reactivos:

- Soluciones estándares comerciales AccuStandard: PAHs Mix en cloruro de metileno-benceno (1:1) de 2,0 mg/ml y PAHs Additions en cloruro de metileno de 2,0 mg/ml.
- Cloruro de metileno, grado pesticida.
- Isooctano, grado pesticida.

RESULTADOS

Se analizan dos muestras de agua de pozo de una localidad del conurbano bonaerense.

Para el desarrollo del método y tratamiento de muestras se evalúan los Métodos 3510^[1] y 3520^[2] de EPA. Para la determinación de los PAHs por cromatografía gaseosa se estudian los métodos EPA Serie 8000B^[3] y SW846^[4].

Tabla I.

Listado de Hidrocarburos Aromáticos Polinucleares.

COMPUESTOS	
Acenafteno*	7H-Dibenzo(c,g)carbazol**
Acenaftileno*	Dibenzo(a,e)pireno**
Antraceno*	Dibenzo(a,h)pireno**
Benzo(a)antraceno*	Dibenzo(a,i)acridina**
Benzo(a)pireno*	Dibenzo(a,h)antraceno*
Benzo(b)fluoranteno*	Fluoranteno*
Benzo(j)fluoranteno**	Indeno(1,2,3-cd)pireno*
Benzo(k)fluoranteno*	3-metilcolantreno**
Benzo(ghi)perileno*	Naftaleno*
Criseno*	Fenantreno*
Dibenzo(a,h)acridina**	Pireno*
Dibenzo(a,j)acridina**	Fluoreno*

*PAHs Mix

**PAHs Additions

Los patrones que se utilizan para el análisis consisten en soluciones estándares comerciales de mezclas de los compuestos presentados en la Tabla 1, a los cuales se les realiza las diluciones en isooctano correspondientes a los niveles de concentración de la calibración.

El análisis de las soluciones en isooctano se realiza en un cromatógrafo gaseoso de acuerdo a EPA 8100^[5] equipado con un detector de ionización de llama e inyector automático para muestras líquidas. La columna

que se utiliza es la PONA (Crosslinked metil siloxano) de 50 metros y d.i. 0,20 mm.

Las muestras de agua son tratadas de acuerdo al método EPA 3510^[1]: extracción con cloruro de metileno a pH neutro, secado con sulfato de sodio, concentración del extracto y retomado con isooctano.

Para la identificación de cada compuesto se analiza una mezcla de PAHs patrón de 200 ppm en un cromatógrafo de gases equipado con una columna PONA de 50 m. y d.i. 0,2 mm, y detector de espectrometría de masa. De este análisis surge la caracterización de cada uno de los compuestos de las mezclas patrón por su espectro de masa y su t.r. (tiempo de retención). Esta es una herramienta alternativa para la identificación de los componentes de la mezcla en caso de no poseer cada uno de los compuestos individuales de PAHs de la Tabla 1.

Se estudia además la extracción de los PAHs de las muestras acuosas utilizando SPME^[6], de modo de evitar el tratamiento descripto en el método EPA 3510.

El análisis de las muestras utilizando la técnica de SPME consiste en poner en contacto la muestra acuosa con la fibra, cuyo recubrimiento tiene afinidad por los compuestos aromáticos polinucleares. Se introduce la fibra en un vial cerrado, con agitación por un período de 20 minutos de forma tal de favorecer la adsorción de los PAHs sobre la fibra. Cumplido el plazo de adsorción, la fibra se inyecta en el cromatógrafo gaseoso produciéndose la desorción de los componentes.

Con ambas metodologías estudiadas el resultado de las muestras analizadas resultó ser menor que el límite de cuantificación.

El límite de cuantificación obtenido de PAHs en las muestras es de 100 ppt para los PAHs Mix y 1 ppb para los PAH Addition utilizando la técnica de extracción con solvente. El límite de cuantificación obtenido por extracción con SPME en matriz acuosa es de 10 ppb para PAH Mix y 100 ppb para PAH Addition (Tabla 1).

CONCLUSIÓN

Se pone a punto una técnica adecuada para la determinación de PAHs en matrices ambientales acuosas. Los límites de cuantificación obtenidos están en el orden de lo establecido en las regulaciones internacionales.

El siguiente paso a desarrollar es el estudio de la determinación de PAHs en otras matrices como aire y suelo.

REFERENCIAS

- [1] EPA Method 3510 – Separatory funnel liquid-liquid extraction
- [2] EPA Method 3520 – Continuous liquid-liquid extraction
- [3] EPA Method 8000B – Determinative Chromatographic separations
- [4] EPA Method SW846 – Test methods for testing solid waste.
- [5] EPA Method 8100 – Polynuclear aromatic hydrocarbons.
- [6] Zhang Z., Yang M.J., Pawliszyn J., "Solid-Phase Microextraction", Anal. Chem. 66: (1994), pp 884A-853A

Para mayor información contactarse con:

CISCOE – ciscoe@inti.gov.ar

[Volver a página principal](#) ◀