

## **METODO CH-0030 - MUESTREO DE COMPUESTOS ORGÁNICOS VOLÁTILES**

### **1. PRINCIPIO Y APLICACIÓN**

#### **1.1. Principio**

##### ***1.1.1 Constituyentes***

Este método describe la recolección de los principales constituyentes orgánicos peligrosos volátiles (POHCs), del gas efluente de chimenea de incineradores de residuos peligrosos.

Para efectos de definición, los principales constituyentes orgánicos peligrosos volátiles POHCs son aquellos con punto de ebullición menor a 100°C. Si el punto de ebullición de un POHC de interés es menor de 30°C, el POHC puede descomponer el sorbente bajo la condición del procedimiento de recolección de la muestra.

##### ***1.1.2 Recolección***

Aplicaciones de terreno para POHCs de este tipo deben ser respaldadas por datos de laboratorio los cuales demuestren la eficiencia del tren de muestreo de orgánicos volátiles (VOST), para recolectar POHCs con puntos de ebullición menores a 30°C. Esto puede requerir usar volúmenes reducidos de muestra recolectada a tasas de flujo entre 250 a 500 ml/min.

Muchos productos que ebullen a más de 100°C (por ejemplo Clorobenceno), pueden también ser eficientemente recolectados y analizados usando este método.

La eficiencia de recolección del tren de muestreo de orgánicos volátiles (VOST), para estos compuestos debe ser demostrada, cuando sea necesario, por datos de laboratorio del tipo descrito arriba.

##### ***1.1.3 Tren de Muestreo Volátiles Rápidos***

Este método utiliza una muestra de 20 litros del efluente de gas conteniendo los principales constituyentes orgánicos peligrosos volátiles POHCs, el cual es sacado del efluente de una fuente a una tasa de 1 l/min., usando una sonda de vidrio y un tren de muestreo de orgánicos volátiles. (La operación del tren de muestreo de orgánicos volátiles bajo estas condiciones han sido denominados trenes de muestreo de orgánicos volátiles rápidos).

El flujo de gas es enfriado a 20°C, haciéndolo pasar a través de un condensador de agua fría y los principales constituyentes orgánicos peligrosos volátiles son recolectados en un par de trampas de resina sorbente. La primera trampa de resina (trampa del frente), contiene aproximadamente 1.6 gramos de Tenax y la segunda (trampa trasera) aproximadamente 1 gramo de Tenax y 1 gramo de carbón de petróleo (Lot 104 SKG o equivalente), en relación 3:1 en volumen.

Un total de seis pares de trampas de absorbente pueden ser usadas para recolectar los principales constituyentes orgánicos peligrosos volátiles del flujo de gas efluente.

#### ***1.1.4 Tren de Muestreo Volátiles Lentos***

Un grupo alternativo de condiciones para recolección de muestras ha sido utilizado.

Este método involucra la recolección de una muestra con volumen de 20 litros o menos a una tasa de flujo menor. (La operación del tren de muestreo de orgánicos volátiles bajo estas condiciones han sido referidos como trenes de muestreo de orgánicos volátiles lentos).

Este método ha sido utilizado para recolectar 5 litros de muestra (0.25 litros por minuto durante 20 minutos) o 20 litros de muestra (0.5 litros por minuto durante 40 minutos) en cada par de cartuchos de absorbente. Volúmenes menores de muestra recolectada a menores tasas de flujo deben ser considerados cuando los puntos de ebullición de los principales constituyentes orgánicos peligrosos de interés están por debajo de los 35°C. Un total de seis pares de trampas de absorbente pueden ser usadas para recolectar los principales constituyentes orgánicos peligrosos volátiles del flujo de gas efluente.

#### ***1.1.5 Análisis***

El análisis de las trampas es llevado a cabo por desorción térmica de purga y atrapamiento por cromatografía de gas / espectrometría de masa (ver método 5040). El tren de muestreo de orgánicos volátiles es diseñado para ser operado a 1 l/min. Con reemplazo de trampas cada 20 minutos para un tiempo total de muestreo de 2 horas.

Las trampas puede ser analizadas separadamente o combinadas en una trampa para mejorar el límite de detección. Aún cuando, mayores tasa de flujos y tiempos de muestreo son aceptados.

Recientes experiencias han mostrado que cuando menos de la capacidad mínima de detección es requerida, es aceptable y probablemente preferible operar el tren de muestreo de orgánicos volátiles a 0.5 l/min. para un total de tres periodos de 40 minutos. Esto mantiene el periodo de 2 horas de muestreo, pero reduce el número de cambio de cartuchos en terreno así como del número de análisis requeridos.

## **1.2. Aplicación**

### ***1.2.1. Cálculo de Eficiencia de Destrucción y Remoción***

Este método es aplicable a la determinación de los principales constituyentes orgánicos peligrosos volátiles (POHCs), en efluente de gas en chimeneas de incineradores de residuos peligrosos.

Este método está diseñado para usarse en el cálculo de eficiencia de destrucción y remoción (DRE), para los principales constituyentes orgánicos peligrosos volátiles y para poder determinar cuales valores de eficiencia de destrucción y remoción para remover los principales constituyentes orgánicos peligrosos volátiles (POHCs), son iguales o mayores que 99.99%.

### ***1.2.2. Límite de Detección***

La sensibilidad de este método es dependiente del nivel de interferentes en la muestra y de la presencia de niveles detectables de los principales constituyentes orgánicos peligrosos volátiles en los blancos. Los LD para cada compuesto orgánico volátil debe ser calculado experimentalmente de acuerdo a normas de validación vigente.

El valor del límite de detección de este método es de 0.1 µg/m<sup>3</sup> (ng/l) del flujo de gas, para permitir el cálculo de la eficiencia de destrucción y remoción (DRE) igual o mayor que 99.99% para los principales constituyentes orgánicos peligrosos volátiles que pueden estar presente en la corriente de desechos en concentraciones de 100 ppm.

El extremo superior del rango de aplicación de este método está limitado por el traspaso de los principales constituyentes orgánicos peligrosos volátiles en el absorbente de las trampas usadas para recolectar la muestra.

Datos desarrollados en laboratorio han demostrado un rango de 0.1 a 100  $\mu\text{g}/\text{m}^3$  (ng/l) para constituyentes orgánicos peligrosos volátiles específicos recolectados en un par de trampas absorbentes usando un volumen de muestra total de 20 litros o menos (ver párrafo 1.1.4)

### ***1.2.3. Personal***

Este método se recomienda sea usado sólo por personal con experiencia en muestreo y por químicos analistas con experiencia o bajo supervisión de personal con tal calificación, cuya competencia debe ajustarse a los procedimientos de calidad de la norma ISO 17025.

### ***1.2.4. Interferencias***

Las interferencias aparecen primariamente de la contaminación basal (background) en las trampas absorbentes previo o con posterioridad al uso en la recolección de la muestra. Muchas interferencias potenciales pueden deberse a exposición de los materiales absorbentes a vapores solventes previo su montaje y exposición a concentraciones considerables de constituyentes orgánicos peligrosos volátiles en el aire ambiental de las instalaciones de incineración de residuos sólidos.

### ***1.2.5. Contaminación***

Para evitar o minimizar al menor nivel de contaminación los componentes del tren con constituyentes orgánicos peligrosos volátiles, se debe tener cuidado de evitar contacto con todas las superficies interiores o componentes del tren con materiales orgánicos sintéticos (por ejemplo: solventes orgánicos, lubricantes y grasas sellantes), y los componentes del tren debe ser cuidadosamente limpiados y acondicionados de acuerdo a los procedimientos descritos en este protocolo.

## **2.0 INSTRUMENTOS**

### **2.1. Tren de Muestreo de Orgánicos Volátiles**

Un diagrama esquemático de los principales componentes del Tren de Muestreo de Orgánicos Volátiles (TMOV), se muestra en la figura 1 y un diagrama de una versión aceptada de TMOV se muestra en la figura 2. El TMOV consiste en una sonda recubierta en vidrio seguida de una válvula de aislamiento, un condensador de vidrio con agua fría, un cartucho absorbente conteniendo Tenax (1.6 g), un impinger vacío para remover condensables, un segundo condensador de vidrio con agua fría, un segundo cartucho absorbente conteniendo Tenax y carbón de petróleo (1 g de cada uno aproximadamente en 3:1 del volumen), un tubo de silica gel secante, un rotámetro calibrado, una bomba de muestreo y un medidor de gas seco.

La presión del gas durante el muestreo y la prueba de fugas es monitoreada por un medidor de presión el cuales está ubicado en el tren de muestreo después del tubo de silica gel. Los componentes del tren de muestreo son descritos abajo.

#### **2.1.1. Sonda**

La sonda debe estar hecha de acero pulido cubierto en su interior con borosilicato o cristal de cuarzo. La temperatura de la sonda debe ser mantenida sobre los 130°C, pero baja lo suficiente para asegurar una temperatura en la resina de 20°C.

Enfriar la sonda con agua fría puede ser necesario a temperaturas elevadas en la chimenea para proteger la sonda y cumplir con los requerimientos anteriores.

La recolección de la muestra isocinéticamente no es un requisito para el uso de TMOV ya que los compuestos de interés, en le punto de muestreo, están en la fase de vapor.

#### **2.1.2. Válvula de Aislamiento**

La válvula de aislación debe ser una llave de paso sin grasa con barril de vidrio y conexión de teflón deslizante(ACE 8193 o equivalente)

### **2.1.3. Condensadores**

Los condensadores (ACE 5979-14 o equivalente) deben ser de capacidad suficiente para enfriar el flujo de gas a 20°C o menos, previo a pasar a través del primer cartucho de absorbente. La conexión superior de los condensadores deben ser capaces de mantenerse libres de fugas y, de mantener un sello al vacío sin usar grasas sellantes.

### **2.1.4. Cartuchos Absorbentes**

#### 2.1.4.1 Configuración de los Cartuchos Absorbentes

El cartucho de solvente utilizado para el VOST puede ser utilizado en cualquiera de las dos configuraciones:

- La configuración interior-exterior (I/O) en la cual el cartucho es sostenido dentro de un tubo de vidrio exterior en un portador de metal.
- La configuración de interior-interior (I/I) en la cual sólo un tubo de vidrio se utiliza, con o sin portador de metal.

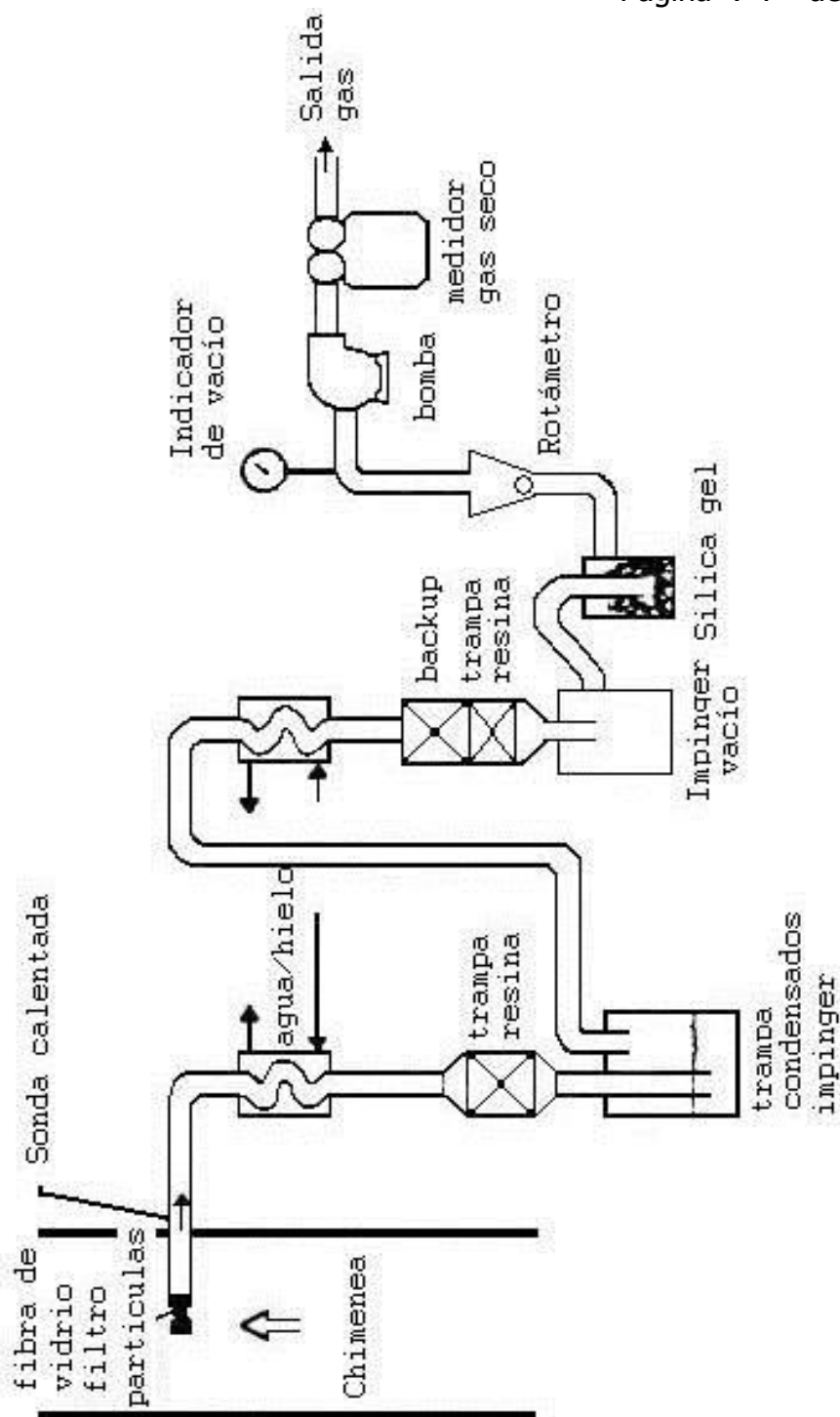
En cualquiera de los casos, el paquete absorbente será el mismo.

##### 2.1.4.1.1 Primer Cartucho Absorbente

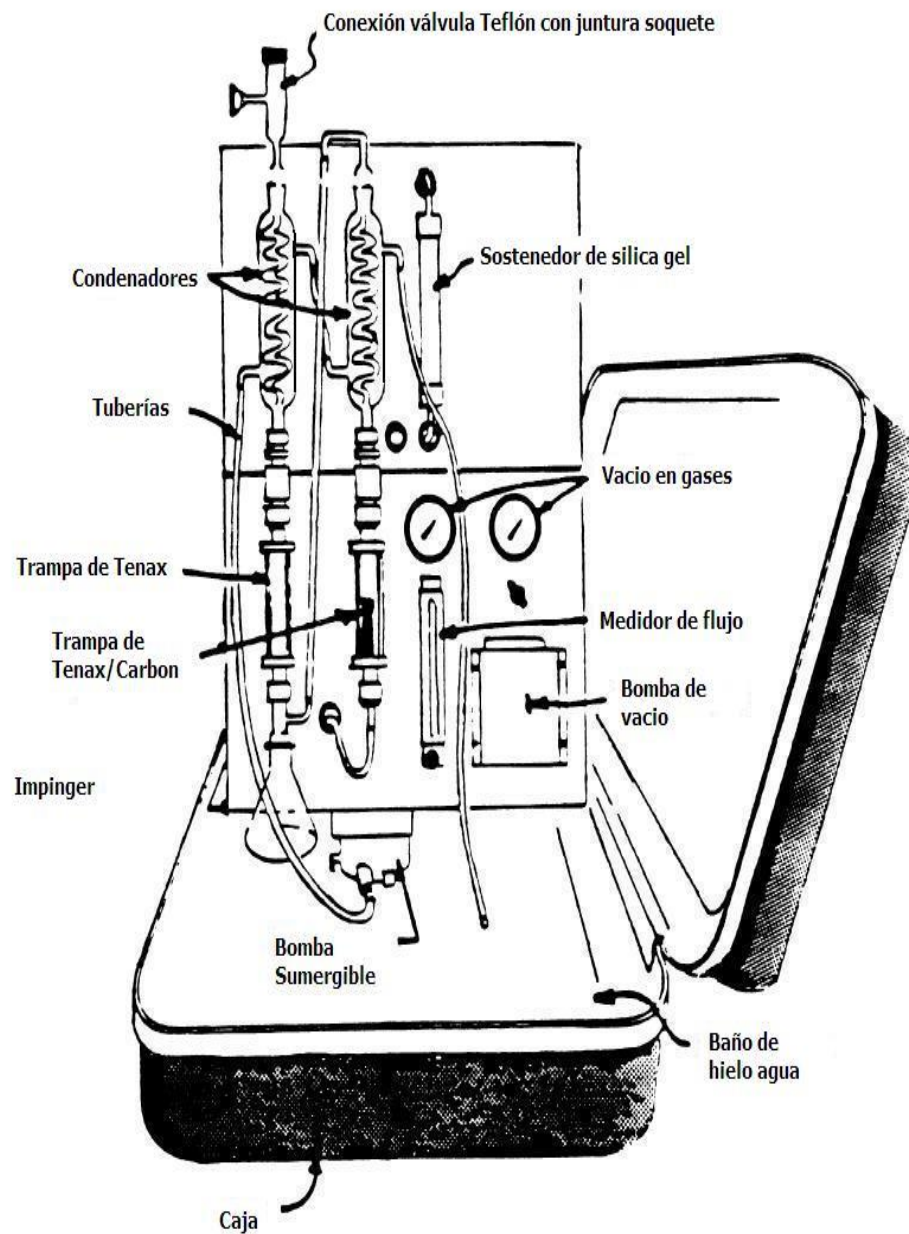
El primero de un par de cartuchos de absorbente se deben envasar con aproximadamente 1,6 g de resina Tenax GC y el segundo cartucho se debe envasar con Tenax GC y carbón a base de petróleo (3:1 en volumen, aproximadamente 1 g de cada una).

##### 2.1.4.1.2 Segundo Cartucho Absorbente

El segundo cartucho de absorbente se envasar de modo que la muestra de gas pase primero a través de la capa de Tenax y luego a través de la capa de carbón.



**Figura 1. Esquema del Tren de Muestreo de Compuestos Orgánicos Volátiles (VOST)**



**Figura 2. Tren de Muestreo de Orgánicos Volátiles (VOST)**



#### 2.1.4.2 Materiales de los Cartuchos Absorbentes

Los cartuchos absorbentes deberían estar en tubos de vidrio con dimensiones aproximadas de 10 cm por 1,6 cm. Los dos diseños aceptables (I/O, I/I) para los cartuchos absorbentes se describen en más detalle a continuación.

##### 2.1.4.2.1 Cartucho Absorbente Tipo Interior /Interior:

Un diagrama de cartucho absorbente I/I se muestra en la Figura 3. Este cartucho es un tubo de vidrio (10 cm por 1,6 cm) que tiene los extremos reducidos en tamaño para alcanzar 1/4 o 3/8 de pulgada. Swagelok o Cajón de gas adaptado.

La resina se mantiene en su lugar con lana de vidrio en cada extremo de la capa de resina. Las cantidades de cada tipo de material absorbente utilizado en el diseño I/I son las mismas que para el diseño I/O.

Tapas de rosca se colocan en el cartucho absorbente después de cargarlo con absorbentes para protegerlo de la contaminación durante el almacenamiento y el transporte.

##### 2.1.4.2.2 Cartucho Absorbente Tipo Interior/Exterior:

Un diagrama de un cartucho absorbente I/O se muestra en la Figura 4. En este diseño los materiales absorbentes se mantienen en el tubo de vidrio con una pantalla de malla fina de acero inoxidable y un Clip tipo C. El tubo de vidrio se coloca luego dentro de un tubo de vidrio de diámetro grande y se mantiene en su lugar utilizando anillos O´rings de Viton.

El objetivo del tubo de vidrio de fuera es proteger el exterior del contenedor de la resina de la contaminación. Los dos tubos de vidrio se mantienen en una cápsula de acero inoxidable, donde los extremos de los tubos de vidrio son mantenidos en su lugar por O´rings de Viton colocadas en ranuras en cada extremo de la pieza de metal.

Las tres barras cilíndricas son aseguradas en una de las piezas de metal del extremo y atadas a la otra pieza del

extremo utilizando tuercas estriadas, sellando así el tubo de vidrio dentro de la cápsula sostenedora. Las piezas de los extremos son afianzadas con una tuerca de rosca en la cual una tapa de rosca final es ajustada con un anillo de sello tipo O-ring de Viton, para proteger la resina de la contaminación durante el transporte y almacenamiento.

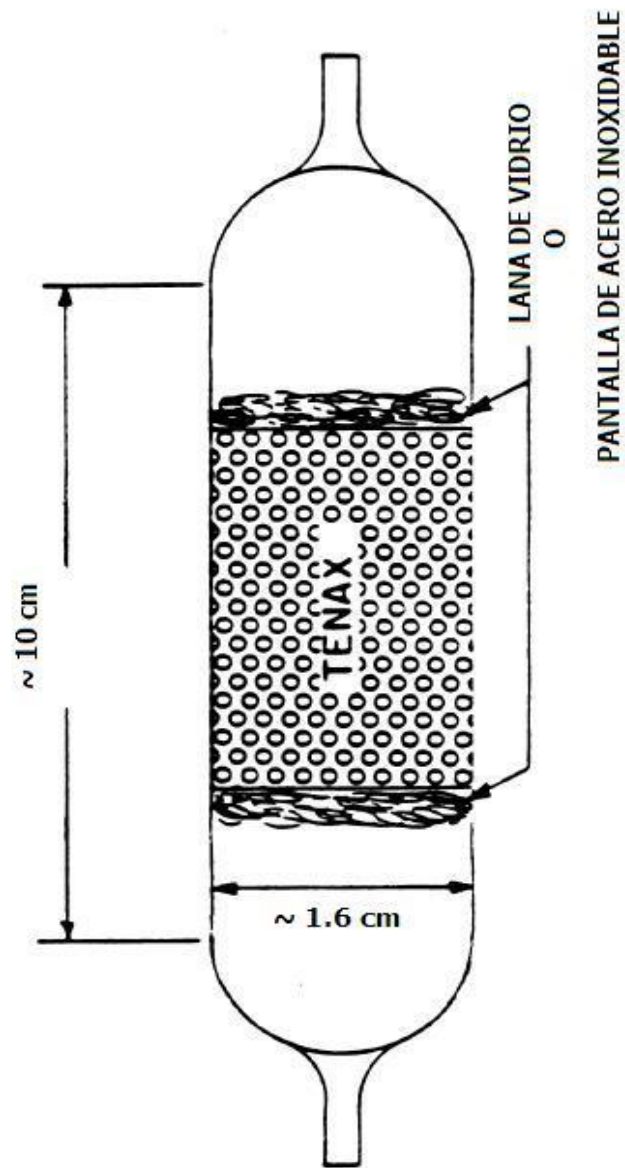
### ***2.1.5. Sistema de Medición***

El sistema de medición para VOST consistirá en medidor de vacío, una bomba sin fugas (Modelo Thomas 107 o equivalente, Thomas Industrias, Sheboygan, Wisconsin), un rotámetro calibrado (Modelo Linde 150, Linde Division of Union Carbide, Keasbey, New Jersey) para el monitoreo de la tasa de flujo de gas, un medidor de gas seco con un 2% de exactitud a la tasa de muestreo, y las válvulas y equipamiento relacionado.

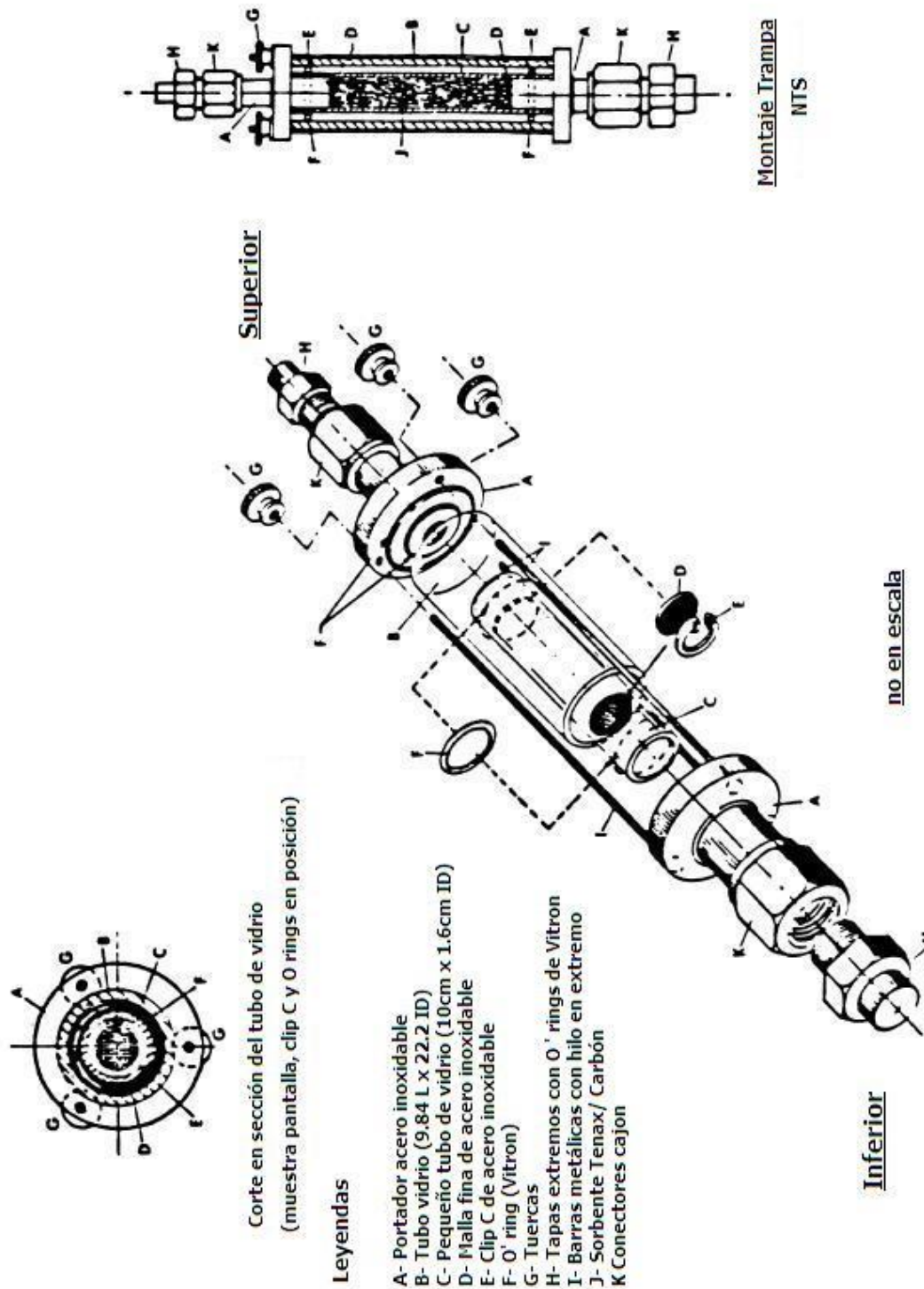
Se deben tomar precauciones para monitorear la temperatura de la muestra de flujo de gas entre el primer condensador y el primer cartucho de absorbente. Esto se puede hacer poniendo una termocupla en el exterior de la superficie del vidrio a la salida del primer condensador. La temperatura en ese punto debe ser inferior a 20°C. Si no lo es, se debe usar un condensador extra que provea la capacidad de enfriamiento necesaria.

### ***2.1.6. Líneas de Transferencia de Muestra***

Todas las líneas de muestra de transferencia para conectar la sonda al VOST deben ser inferiores a 5 pies de longitud, y deben ser trazados de teflón mantenidos calientes con accesorios de conexiones que sean capaces de estar libres de fuga, conexiones al vacío herméticas sin usar grasa. Todas las demás líneas de transferencia de la muestra usadas con VOST deben ser de Teflón con conexiones que sean capaces de estar libres de fuga, conexiones al vacío herméticas sin usar grasa.



**Figura 3. Cartucho VOST Interior- Interior**



**Figura 4. Montaje Trampa Absorbente (I/O). Tren de Muestreo Compuestos Orgánicos Volátiles VOST**

### **3.0 MATERIALES Y REACTIVOS**

#### **3.1. Oxido de 2,6 Difenilo Polímero (Tenax, Malla 35/60)**

##### ***3.1.1. Extracción***

El nuevo Tenax es extraído con un Soxhlet por 24 horas con metanol (Burdick & Jackson, grado plaguicidas o equivalente). El Tenax se seca por 6 horas en una estufa de vacío a 50°C antes de su uso. Usuarios de cartuchos de absorbente I/O e I/I han utilizado procedimientos de acondicionamiento térmico ligeramente diferentes. Cartuchos absorbente I/O cargados con Tenax son térmicamente acondicionados con flujo de nitrógeno libre de orgánicos (30 ml/min) a través de la resina, mientras se calefacciona a 190°C. Algunos usuarios han extraído Tenax nuevo y carbón con pentano para remover impurezas no polares. Sin embargo, estos usuarios han experimentado problemas con el pentano residual en el absorbente durante el análisis.

##### ***3.1.2. Extracción Soxhlet***

Si concentraciones muy elevadas de volátiles POHCs se han recogido en la resina (por ejemplo, microgramos de analito), el absorbente puede requerir extracción Soxhlet como se describe más arriba. Previamente los cartuchos de Tenax usados son térmicamente acondicionados por el método descrito anteriormente.

#### **3.2. Carbón**

(SKC-base de petróleo o su equivalente): Se prepara carbón nuevo y carbón es reacondicionado como se describe en el párrafo 4.4.

El carbón nuevo no requiere tratamiento previo antes del montaje dentro del cartucho absorbente. Los usuarios de VOST han restringido los tipos de carbón utilizado en los cartuchos de absorbente a sólo aquellos del tipo a base de petróleo.

Criterios para otros tipos de carbón son aceptables si la recuperación de POHC en evaluaciones en laboratorio cumple con los criterios de 50 a 150%.

#### **3.3. O`Ring de Viton**

Todas los O`ring utilizados en VOST deben ser de Viton. Antes de usar, estas juntas deben ser térmicamente acondicionadas a 200 °C durante 48 hr. Las juntas deben almacenarse limpias, en contenedores de vidrio con tapa rosca, antes de su uso.

### **3.4. Tubos de Vidrio/Condensadores**

Los tubos de vidrio con resina y condensadores deben ser limpiados con un detergente no iónico en un baño ultrasónico, enjuagarse bien con agua libre de orgánicos, y secados a 110 °C. Tubos de resina de diseño I/O deben armarse antes de su almacenamiento tal como se describe en el párrafo 4.1. Tubos de resina de diseño I/I se pueden almacenar en tubos de vidrio de ensayo con relleno de algodón y tapas rosca forradas en Teflón. Los condensadores pueden taparse con las tapas apropiadas antes de su uso.

### **3.5. Partes Metálicas**

El acero inoxidable de los portadores, clips C, tapones de los extremos, y pantallas utilizadas en el diseño I/O de VOST se limpian mediante el uso de una solución caliente de detergente no iónico y ultrasonido, se enjuagan con agua destilada, secados al aire, y calentados en un horno mufla por 2 horas a 400°C. Los tubos de resina con diseño I/I requieren tapas de terminación tipo Swagelok o equivalente y férula Supelco M-1. Estos deberían ser calentado a 190°C a lo largo de los cartuchos ensamblados.

### **3.6. Silica Gel (Tipo Indicando, de Malla 6-16)**

Silica gel nueva puede utilizarse tal como se recibe. Silica gel que ha sido previamente usada debe secarse durante 2 horas a 175°C (350°F).

### **3.7. Paquetes Fríos**

Cualquier líquido o gel reutilizables disponible en el mercado que puedan ser congelados en forma repetida son aceptables. Estos son por lo general vendidos en contenedores plástico como "Blue Ice" o "Ice Packs". Deben utilizarse los suficientes para mantener los cartuchos cercano o a 4 °C.

### **3.8. Agua**

El agua utilizada para enfriar en el terreno los componentes del tren puede ser agua de la llave o grifo; y el agua utilizada para el lavado de los vidrios debe ser libre de orgánicos.

### **3.9. Lana de Vidrio**

La lana de vidrio debe ser sometida al Soxhlet por 8 a 16 h, utilizando metanol, y secada en horno a 110 °C antes de su uso.

## **4.0 MANEJO DE LA MUESTRA Y PROCEDIMIENTOS**

### **4.1. Armado**

#### ***4.1.1. Generales***

El montaje y embalaje de los cartuchos de absorbente debe llevarse a cabo en un área libre de materiales orgánicos volátiles, preferiblemente en un laboratorio en el que no se manipulan ni almacenan solventes orgánicos y en el cual el aire del laboratorio es filtrado con carbón. Alternativamente, los procedimientos del armado pueden llevarse a cabo en una caja de guantes que puede ser purgada con nitrógeno libre de orgánicos.

### **4.2. Cartuchos de Tenax**

#### ***4.2.1. Instalación***

El Tenax, los tubos de vidrio y partes de metal del cartucho se limpian y almacenan (ver Sección 3.0). Aproximadamente 1,6 g de Tenax se pesa y envasa en el tubo del absorbente el cual tiene una pantalla de acero inoxidable y un clip C (diseño I/O) o lana de vidrio (diseño I/I) en el extremo aguas abajo. El Tenax se mantiene en su posición insertando una pantalla de acero inoxidable y un clips C en el extremo aguas arriba (diseño I/O) o lana de vidrio (diseño I/I). Cada cartucho debe estar marcado, utilizando una herramienta de grabado, con una flecha para indicar la dirección del caudal de las muestras, y un número de serie.

#### ***4.2.2. Acondicionamiento y Almacenamiento***

Los tubos de resina acondicionados en el diseño de I/O son luego ensamblados dentro de la cápsula metálica de acuerdo al procedimiento descrito anteriormente para I/I o I/O (con tapas en los extremos) y colocarlos sobre los paquetes fríos para almacenamiento y transporte. Los tubos de resina acondicionados de diseño I/I son tapados y colocados sobre paquetes de frío para almacenamiento y el transporte.

### **4.3. Tubos de Tenax / Carbón**

#### ***4.3.1. Instalación***

El Tenax, carbón y partes metálicas de los cartuchos son limpiados y almacenados según se describió previamente (ver Sección 3.0). Los tubos son llenados con una relación aproximadamente de 3:1 del volumen con Tenax y carbón (aproximadamente 1 g cada una). El Tenax y el carbón se mantienen en su posición con la pantalla de acero inoxidable y un clips C (diseño I/O) o por la lana de vidrio (diseño I/I). Los tubos de vidrio que contienen el Tenax y el carbón son luego acondicionados como se describe más abajo (ver párrafo 4.4).

Ubique el tubo de vidrio I/O en la cápsula metálica (ver párrafo 2.1.4.2.2), ponga las tapas en los extremos y en el cartucho armado, marque la dirección del caudal de la muestras y su número serie, y ubique el cartucho ensamblado sobre los paquetes fríos para almacenamiento y transporte.

#### ***4.3.2. Acondicionamiento y Almacenamiento***

Tubos de vidrio de diseño I/I son acondicionados, y almacenados en la misma manera que los tubos I/O.

### **4.4. Acondicionamiento de la Trampa QC**

#### ***4.4.1. Generales***

Tras el ensamblaje y el chequeo de fugas, las trampas son conectadas en dirección opuesta a la muestras a una fuente de nitrógeno libre de orgánicos, y el nitrógeno se pasa a través de cada una de las trampas a un flujo de 40 ml/min, mientras la trampa es calentada a 190 °C por 12 a 28 hr. El período de acondicionamiento real puede ser determinado basándose en la adecuación de los resultados de los chequeos del blanco.

#### ***4.4.2. Procedimiento***

El siguiente procedimiento se utiliza para chequear el blanco en cada grupo de cartuchos de muestra previo al muestreo para asegurar líneas limpias. El procedimiento proporciona datos semi cuantitativos para compuestos orgánicos con puntos de ebullición bajo los 110°C en los cartuchos de Tenax y Tenax/Carbón. No es un sustituto del Método 5040.



#### 4.4.2.1 Principio

El procedimiento se basa en la desorción térmica de cada grupo de dos cartuchos, crio-precipitado con nitrógeno líquido en una trampa envuelta con perlas de vidrio, seguido de desorción térmica de la trampa y análisis por GC/FID.

#### 4.4.2.2 Límite de Detección

El límite de detección esta basado en el análisis de los cartuchos de Tenax enriquecidos con benceno y tolueno y es alrededor de 2 ng para cada compuestos.

#### 4.4.2.3 Resultados

Los resultados del análisis de los cartuchos enriquecidos sobre una base diaria no deberían variar más que un 20%. Si los resultados están fuera de este rango, el sistema de análisis debe ser evaluado, por las probables causas y, un segundo cartucho de puntas analizarse.

#### 4.4.2.4 Condiciones

Las condiciones de operación de GC (cromatografía gaseosa) son:

##### Condiciones de operación GC

- Columna: Columna capilar de HP-5 30 m 0,25 umx0,25u o equivalente.
- Programa de temperatura: 50°C durante 5 minutos, incrementar 10°C por minuto hasta los 190°C, mantenga por 10 minutos.
- Inyector: 220°C. splitless
- Detector: F.I.D. 250°C.
- Gas Portador: Helio a 2 ml/min.
- Válvula de muestra: Valco puerta 6 con 40" x 1/16" de acero inoxidable empaque de trampa de malla 60/80 perlas de vidrio.
- Criógeno: nitrógeno líquido.

- Calentador de trampa: agua hirviendo, aceite caliente o con calefacción eléctrica.
- Calentador de desorción: Supelco "clam shell" (purificador de gas de alta capacidad de transporte) calentador y Variac, ajustado a 180°C a 200°C.

#### 4.4.2.5 Calibración

La calibración se realiza mediante la preparación de un cartucho enriquecido de Tenax con benceno y tolueno y analizándolo de acuerdo con el procedimiento de operación estándar. Un estándar de benceno, tolueno y bromo flúor benceno (BFB) es preparado inyectando 2,0  $\mu\text{l}$  de benceno y tolueno y 1,0  $\mu\text{l}$  de BFB en 10 ml de metanol. La concentración de esta provisión es de 175 ng/ $\mu\text{l}$  de benceno y tolueno, y 150 ng/ $\mu\text{l}$  de BFB. Un microlitro de la solución estándar es inyectado en un cartucho de Tenax a través de una puerta de inyección calentada a 150°C. Un horno de GC puede utilizarse para esto con el horno a temperatura ambiente. Helio como gas portador se fija a 50 ml/min.

Debe ser usada la técnica del lavado con disolvente a nivel debe utilizarse. Después de dos minutos, retire el cartucho de Tenax y póngalo en el calentador de desorción para análisis. BFB también se utiliza como patrón interno de puntas para análisis por GC/MS la cual provee una buena comparación entre GC/FID y GC/MS. Los resultados de este análisis de Tenax enriquecido no deben variar más de un 20% de día en día. Inicialmente y luego periódicamente este Tenax enriquecido debe ser reanalizado por una segunda vez para verificar que los 10 minutos de tiempo de desorción y los 180 °C a 200 °C de temperatura son adecuados para eliminar todos los componentes punta.

Cabe señalar que sólo un cartucho enriquecido de Tenax se necesita preparar y analizar diariamente, salvo que se requiera garantizar el adecuado funcionamiento del instrumento. Un nivel aceptable del blanco es dejado al criterio del analista del método. Un nivel aceptable es aquel que permite la determinación adecuada de los componentes esperados emitidos a partir de los residuos que están siendo quemados.

#### **4.4.3. *Periodo de Acondicionamiento***

Tras el acondicionamiento, las trampas son selladas y colocadas sobre paquetes fríos hasta que la toma de muestras se realiza. El acondicionamiento de las trampas debe realizarse por una cantidad de tiempo mínima para evitar la posibilidad de contaminación.

#### **4.4.4. *Condiciones***

Puede ser útil para las trampas punta del Tenax y Tenax/Carbón con los compuestos de interés, asegurar que ellos pueden térmicamente ser adsorbidos bajo condiciones de laboratorio. Después que las trampas de punta son analizadas ellas pueden ser reacondicionadas y empaquetadas para el muestreo.

### **4.5. Preparación del Prensayo**

#### **4.5.1. *Limpieza y Calibración***

Todos los componentes del tren deben ser limpiados y montados como se describió previamente. Un medidor de gas seco debió calibrarse dentro de 30 días de anterioridad a ser usado, utilizando procedimientos establecidos en el Manual de Metodologías Medición y Análisis de Emisiones de Fuentes Estacionarias.

#### **4.5.2. *Armado***

El VOST se arma de acuerdo con el diagrama esquemático de la Figura 1. Los cartuchos deben colocarse de forma tal que el caudal de muestreo pasa a través del Tenax primero y luego a través del Tenax/Carbón. Agua refrigerada debe circular a los condensadores y la temperatura del agua refrigerante debe mantenerse cerca de 0 °C. Los extremos tapados de los cartuchos adsorbentes deben colocarse en un recipiente limpio de vidrio con tapa atornillada durante la recolección de la muestra.

### **4.6. Control de Fugas**

#### **4.6.1. *Procedimiento***

Se comprueba las fugas en el tren mediante el cierre de la válvula en la entrada del primer condensador y haciendo un vacío de 250 mm (10 pulgadas de Hg) por encima de la presión normal de operación.

Las trampas y condensadores están aislados de la bomba y la tasa de fuga se anota. La tasa de fugas debe ser inferior a 2,5 mm Hg después de 1 minuto. El tren luego se vuelve a la presión atmosférica adosando a la entrada del tren un tubo lleno con carbón y permitiendo entre aire ambiente filtrado a través del carbón. Este procedimiento reducirá al mínimo la contaminación de los componentes del VOST debido a una exposición excesiva a las emisiones fugitivas de los incineradores de residuos peligrosos.

#### **4.7. Recolección de la Muestra**

##### ***4.7.1. Procedimiento Inicial***

Después del control de fugas, la recolección de la muestras se logra mediante la apertura de la válvula a la entrada del primer condensador, prenda la bomba, y muestrear a una razón de 1 litro/minuto durante 20 min. El volumen de la muestra para cualquier par de trampas no deberá exceder de 20 litros.

##### ***4.7.2. Procedimiento Final***

Tras la recolección de 20 litros de muestra, se comprueba las fugas en el tren por segunda vez a la más alta caída de presión encontrada durante la corrida para minimizar la posibilidad de vacío en la desorción de orgánicos desde el Tenax. El tren es devuelto a la presión atmosférica, utilizando el método discutido en el parágrafo 4.1 y los dos cartuchos absorbentes se retiran. Las tapas de los extremos son reemplazadas y los cartuchos deben colocarse en un ambiente adecuado para el almacenamiento y el transporte hasta el análisis. La muestra se considera inválida si la prueba de fugas no cumple con la especificación.

##### ***4.7.3. Comprobación de Fugas***

Un nuevo par de cartuchos se coloca en el VOST, se comprueba si hay fugas en el VOST, y el proceso de recolección se repite tal como se describe arriba. La recolección de muestras continúa hasta que seis pares de trampas se han utilizado.

##### ***4.7.4. Condiciones Previas al Análisis***

Todos los cartuchos de muestra deben mantenerse en paquetes fríos hasta que estén listos para su análisis.

## **4.8. Blancos**

### **4.8.1. Blancos de Terreno/Blancos de Viaje**

Los cartuchos de blancos de Tenax y Tenax/Carbón son llevados a los puntos de muestreo y las tapas extremas son removidas por el período de tiempo necesario para el intercambio del par de trampas en el VOST.

Después que las dos trampas han sido cambiadas en el VOST, las tapas extremas son reubicadas en los tubos blancos de Tenax y Tenax/Carbón y estos son devueltos a los paquetes fríos y analizados con las trampas de la muestra.

Por lo menos un par de blancos de terreno (uno de Tenax, uno de Tenax/Carbón) debe ser incluido con cada par de los seis pares de cartuchos de recolección de muestras (o para cada ensayo de terreno usando VOST para recoger volátiles POHCs).

### **4.8.2. Blancos de Viaje**

Por lo menos un par de cartuchos blanco (uno de Tenax, uno de Tenax/Carbón) debe incluirse con el envío de cartuchos al incinerador de residuos peligrosos. Estos "blanco de terreno" serán tratados como cualquier otro cartucho excepto que las tapas de los extremos no serán removidas durante el almacenamiento en el sitio.

Este par de trampas serán analizadas para monitorear potencial contaminación la cual puede ocurrir durante el almacenamiento y transporte.

### **4.8.3. Blancos de Laboratorio**

Un par de cartuchos blanco (uno de Tenax, uno de Tenax/Carbón) permanecerá en el laboratorio utilizando el método de almacenamiento que se utiliza para muestras de terreno. Si los blancos de terreno y viaje contienen altas concentraciones de contaminantes (por ejemplo, superior a 2 ng de un POHC en particular), el Blanco de laboratorio será analizado con el fin de identificar la fuente de la contaminación.

## 5.0 CALCULOS (Para Volumen de Muestra)

### 5.1. Nomenclatura

La siguiente nomenclatura se utiliza para el cálculo del volumen de la muestra:

$P_{bar}$  = Presión barométrica en el orificio de salida del medidor de gas seco, mm (pulgadas) Hg.

$P_{std}$  = Presión absoluta estándar, 760 mm (29,92 pulgadas) de Hg.

$T_m$  = Temperatura Promedio Absoluta del Medidor de gas seco, °K (°R).

$T_{std}$  = Temperatura estándar absoluta, 293 °K (528 °R).

$V_m$  = Volumen de gas seco medido con un medidor de gas seco, dcm (dcf).

$V_{m(std)}$  = Volumen de gas seco medido con un medidor de gas seco, corregido a condiciones estándar, dscm (dscf).

$y$  = Factor de calibración de medidor de gas seco.

### 5.2. Cálculo del Volumen de Gas

El volumen de gas muestreado se calcula de la siguiente forma:

$$V_{m(std)} = V_m y \frac{T_{std} P_{bar}}{T_m P_{std}} = K_1 y \frac{V_m P_{bar}}{T_m}$$

Donde:

$K_1 = 0,3858$  K/mm Hg para las unidades métricas, o

$K_1 = 17,64$  °R/inch Hg para las unidades Inglesas.

## 6.0 PROCEDIMIENTO ANALÍTICO

Véase Método 5040.

## **7.0 REQUERIMIENTOS DE PRECISION Y EXACTITUD**

### **7.1. Comprobación de Eficiencia del Método**

Antes de la operación en terreno del VOST en un incinerador de residuos peligrosos, una comprobación de eficiencia del método debe llevarse a cabo usando ya sea POHC's seleccionados de nuestro interés o do o más volátiles POHC's para los cuales existe datos disponibles. Esta comprobación puede llevarse a cabo en todo el sistema (VOST/GC/MS) mediante el análisis de un cilindro de gas que contiene POHC's de interés o sólo sobre el sistema analítico mediante el enriquecimiento de los POHC's en las trampas.

Los resultados de este control para repetir pares de trampas deberán demostrar que la recuperación de los analitos está dentro del 50% a 150% de los valores esperados.

### **7.2. Auditoría de Gestión**

Durante un ensayo de quema se debe realizar una auditoria completa. Los resultados de la auditoria deben coincidir entre un 50% y un 150% de los valores esperados para cada uno de los compuestos específicos de interés. Esta auditoría consiste en recolectar una muestra de gas que contenga uno o más POHC's en el VOST desde un cilindro de gas protocolo EPA (ppb).

La recolección de la muestra auditada en el VOST puede llevarse a cabo ya sea en el laboratorio o en el sitio de la prueba de quemado. El análisis de la auditoria de la muestra de VOST debe ser realizado por la misma persona, al mismo tiempo, y con el mismo procedimiento analítico que se utiliza para el ensayo regular de VOST en pruebas de quemado.

Los procedimientos de calidad deben ajustarse a la Norma ISO 17025, en cuanto a sus puntos de validación, competencia, quejas, no conformidades, trabajo no conforme y otros establecidos en la norma.

Todos los procedimientos, instructivos y registros del Sistema de Aseguramiento de Calidad deben estar basados en la Norma ISO 17025 y serán auditados por el Instituto de Salud Pública de Chile. Si los servicios analíticos son ejecutados por laboratorios extranjeros deberán ser sometidos a las mismas normas internacionales.

## **8.0 REFERENCIAS**

1. Protocol for the Collection and Analysis of Volatile POHCs Using VOST. EPA/600/8-84/007, March 1984.
2. Sykes, A.L., Standard Operating Procedure for Blanking Tenax and Tenax/Charcoal Sampling Cartridges for Volatile Organic Sampling Train (VOST), Radion Corporation, P.O. Box 13000, Research Triangle Park, NC 27709.
3. Validation of the Volatile Organic Sampling Train (VOST) Protocol, Vols. I and II, EPA/600/4-86/014a, January 1986.