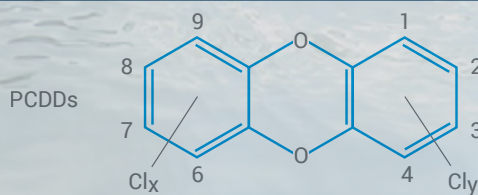
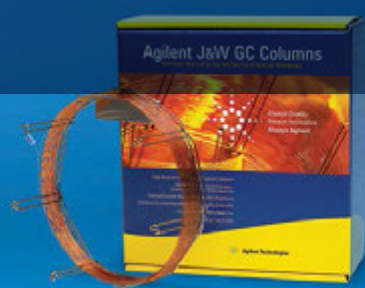


Análisis de dioxinas en muestras medioambientales mediante GC/MS

Guía de pedidos para el flujo de trabajo con consumibles



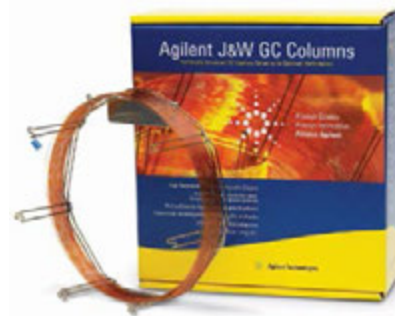
Determinación de dibenzo-p-dioxinas y dibenzofuranos de tetra a octaclorados sustituidos en las posiciones 2, 3, 7 y 8

Las dioxinas y los furanos son contaminantes medioambientales que pertenecen a la denominada “docena sucia”, un grupo de productos químicos conocidos como contaminantes orgánicos persistentes (COP). Se liberan al medio ambiente durante los procesos naturales y durante los procesos de calentamiento a alta temperatura relacionados con la actividad industrial. Las dioxinas son problemáticas porque pueden contaminar el medio ambiente y la cadena alimentaria y pueden bioacumularse en los tejidos grasos con el tiempo.

Tras la firma del [Convenio de Estocolmo](#) sobre la eliminación del uso de ciertos COP a nivel mundial, las dioxinas fueron reconocidas como parte de los COP, lo que llevó a las instituciones gubernamentales y extragubernamentales de todo el mundo a establecer normativas que definieran los límites aceptados de dioxinas. Las pruebas de dioxinas se han considerado altamente especializadas, puesto que requieren una sensibilidad muy alta y una robustez y una precisión extremas. Históricamente, la USEPA ha desarrollado métodos para el análisis de dioxinas y furanos en diversas matrices ambientales que se han utilizado a nivel mundial e incluyen:

- EPA 1613B¹: Dioxinas y furanos de tetra a octaclorados por dilución isotópica HRGC/HRMS.
- EPA 8280B²: Se utiliza para la detección y medición cuantitativa de dibenzo-p-dioxinas policloradas (PCDD) y dibenzofuranos policlorados (PCDF) mediante cromatografía de gases de alta resolución/espectrometría de masas de baja resolución (HRGC/LRMS).
- Método EPA 8290A³: Proporciona procedimientos para la detección y medición cuantitativa de las dibenzodioxinas policloradas (PCDD) y los dibenzofuranos policlorados (PCDF) mediante cromatografía de gases de alta resolución/espectrometría de masas de alta resolución (HRGC/HRMS).
- Método EPA 23⁴: Es aplicable a la determinación de dibenzo-p-dioxinas policloradas y dibenzofuranos policlorados de fuentes estacionarias.

Todos los métodos permiten el mismo conjunto de columnas y suministros.



Método 1613B de la EPA y método 16130⁵ de SGS Axys

El método 1613B fue desarrollado por la Oficina de Ciencia y Tecnología de la Agencia de Protección del Medio Ambiente de los Estados Unidos para la determinación de isómeros específicos de dibenzo-p-dioxinas y dibenzofuranos de tetra a octaclorados en matrices acuosas y de otro tipo mediante dilución isotópica, cromatografía de gases en columna capilar de alta resolución (HRGC)/espectrometría de masas de alta resolución (HRMS).

Tal y como se redactó originalmente, el método 1613B requiere una alta resolución de masas ≥ 10.000 , que solo podía lograrse mediante GC/HRMS debido a la falta de mejores alternativas. Estos instrumentos son caros de mantener y requieren un conjunto de habilidades altamente especializadas para su uso.

La tecnología MS/MS ofrece muchas de las ventajas de especificidad y sensibilidad de los métodos HRMS sin necesidad de una alta resolución de masas, ni del coste y la complejidad de los instrumentos HRMS. Un método que utiliza GC/MS/MS (GC/TQ) para la determinación de dioxinas y furanos tiene el potencial de reducir los costes del laboratorio.

Tabla 1. Parámetros GC/TQ para el método 16130⁵ de SGS Axys

Parámetro	Valor
Cromatógrafo de gases	
Modelo	Cromatógrafo de gases Agilent 7890B
Columna	Columna Agilent DB-5 J&W, 60 m × 0,25 mm, 0,1 µm (ref. 122- 5061)
Neumática de la columna	Flujo constante, con helio como gas portador
Modo del inyector	Splitless
Liner de inyector	Liner de inyección, splitless, doble punta, desactivado (ref. 5181-3315)
Volumen de inyección	1,0 µl
Temperatura del inyector	290 °C
Flujo	0,93 ml/min
Programa de temperatura	90 °C durante 2 min, 22 °C/min hasta 200 °C, 1 °C/min hasta 215 °C, mantener 10 min, 5,2 °C/min hasta 300 °C, mantener 2,7 min
Tiempo de análisis total	51,05 min
Tiempo de equilibrio	0,1 min
Espectrómetro de masas	
Modelo	GC/MS de triple cuadrupolo Agilent 7010B
Modo de ionización	El, 70 eV
Modo de adquisición	MRM
Corriente del filamento	100 µA
Gas de colisión	N ₂ a 1,5 ml/min
Gas de inactivación	He a 2,25 ml/min
Temperatura de la interfaz de GC	290 °C
Temperatura de la fuente de iones	290 °C
Temperatura del cuadrupolo 1	150 °C
Temperatura del cuadrupolo 2	150 °C



Agilent, en colaboración con SGS AXYS Analytical Services Ltd., ha desarrollado el método SGS Axys 16130⁵ utilizando un cromatógrafo de gases Agilent 7890B acoplado a un GC/MS de triple cuadrupolo Agilent 7010B. Este método cumple con las especificaciones de control de calidad y rendimiento del método 1613B para el análisis de dioxinas y furanos policlorados (PCDD/PCDF) en matrices ambientales y está aprobado por la EPA de EE. UU. como protocolo de prueba alternativo para el análisis de las dioxinas en el método EPA 1613B.

Las comparaciones de las concentraciones de PCDD y PCDF determinadas mediante GC/HRMS y GC/TQ con muestras reales (Figura 1) muestran que los resultados de las dos tecnologías son comparables.

El método 1613B de la EPA exige que la altura del valle entre los isómeros estrechamente eluidos y los isómeros de TCDD y TCDF sustituidos en las posiciones 2,3,7,8 sea < 25 % para obtener valores TEQ más precisos¹. Con el método 16130⁵ de SGS Axys para GC/TQ los valores de resolución de la altura del valle delantero y trasero/ altura de pico fueron 20,4 y 7,8, respectivamente (Figura 2), y no superaron el umbral del 25 %.

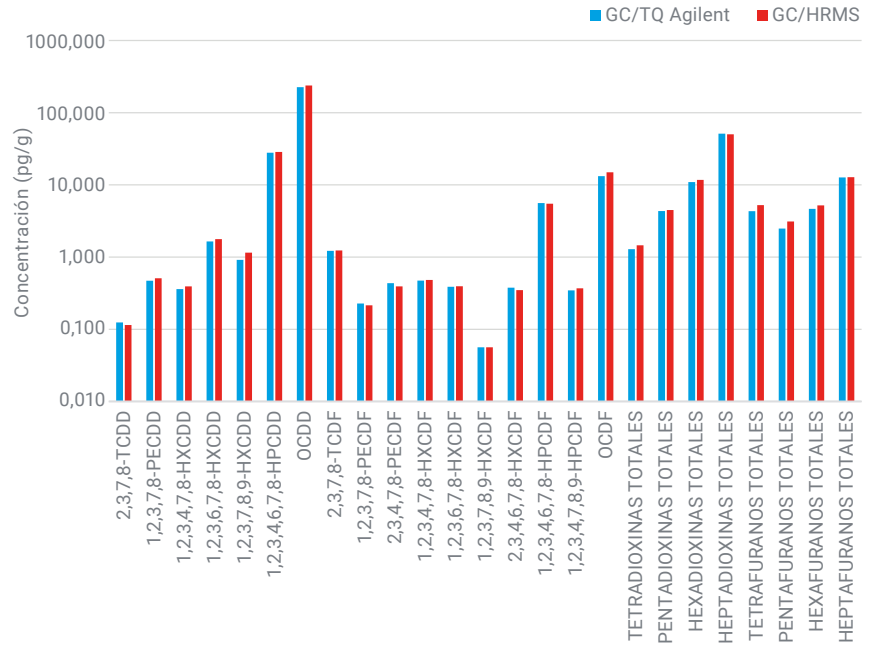


Figura 1. Comparación del total de PCDD/PCDF para una muestra real de biosólidos determinada por GC/TQ (barras azules) y GC/HRMS (barras rojas)

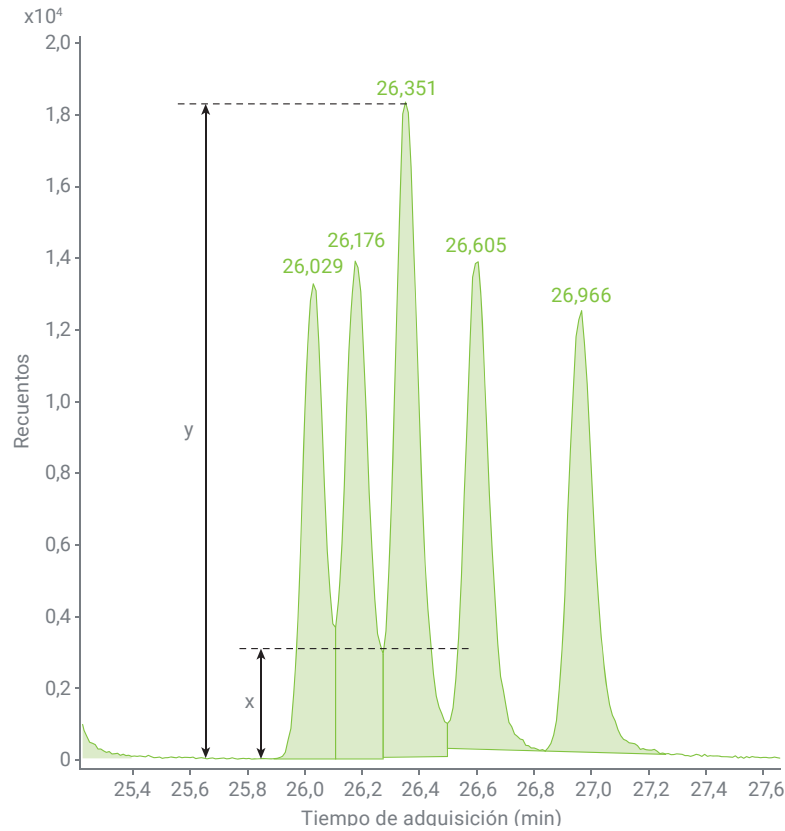


Figura 2. TCDD en las posiciones 2,3,7,8 y sus eluyentes cercanos en GC/TQ mediante el método 16130 de SGS Axys⁵

Otras columnas para GC utilizadas en el análisis de dioxinas

En otro método⁶ en el que se utilizó un sistema GC/TQ, se empleó la columna para GC J&W DB-5ms Ultra Inerte (ref. 122-5562UI) se utilizó la configuración y las condiciones mostradas en la Figura 3. El superior carácter inerte de esta columna proporcionó picos simétricos, logrando también el criterio de altura del valle < 25 % para la separación de los isómeros no tóxicos y tóxicos del 2,3,7,8-TCDF. Sin embargo, hay que tener en cuenta que con la columna DB-5ms Ultra Inerte el orden de elución para la 2,3,7,8-TCDD y la 1,2,3,9-TCDD se intercambia con respecto a la columna DB-5.

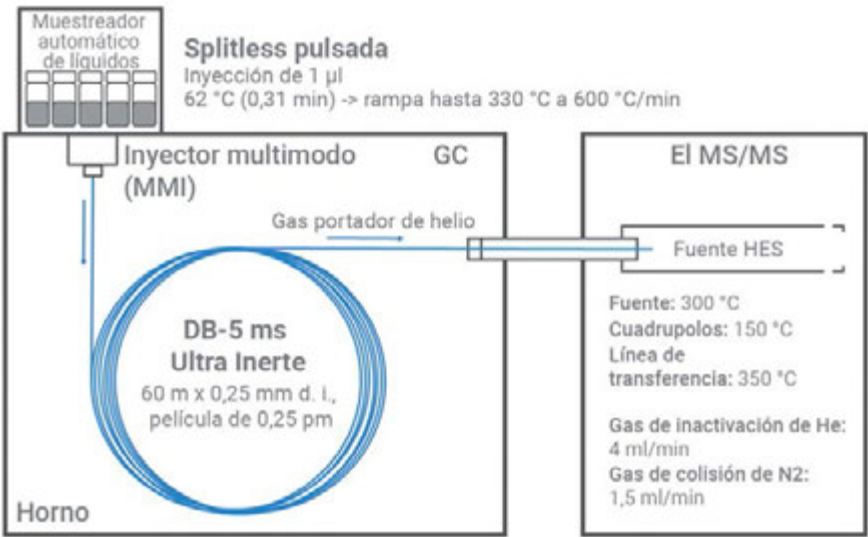


Figura 3. Configuración y condiciones de GC/TQ con la columna Agilent J&W DB-5ms Ultra Inerte⁶

Tabla 2. Columnas para GC utilizadas normalmente para analizar las dioxinas medioambientales

Columna para GC Agilent J & W	Característica	Resultado analítico
Columna analítica DB-5 ⁵	Bajo sangrado	Económico; aprobado por la EPA
Columna analítica DB -5ms Ultra Inerte ⁶	– Sangrado excepcionalmente bajo – Ultra Inerte	– Cuantificación precisa – Calidad de los datos superior – Separación de los isómeros no tóxicos y tóxicos del 2,3,7,8-TCDF
Columna de confirmación DB-225 ¹ (si se requiere)	Bajo sangrado	Económico; aprobado por la EPA
Columna analítica VF-Xms ⁷	– Fase modificada con alto contenido de arileno con una selectividad exclusiva para los compuestos clorados – Alternativa más polar para las fases DB-5	– Separa el 2,3,7,8-TCDF en la línea base de otros isómeros de elución cercana – No se necesita una columna de confirmación

Referencias

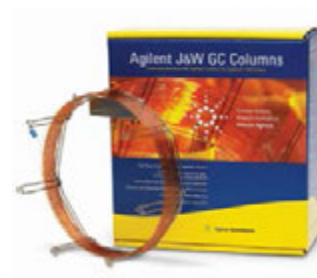
1. www.epa.gov/sites/production/files/2015-06/documents/SOP_HWSS_25_revision_3.pdf
2. www.epa.gov/sites/production/files/2015-12/documents/8280b.pdf
3. www.epa.gov/sites/production/files/2016-01/documents/sw846method8290a.pdf
4. method_23.pdf (epa.gov)
5. An Alternate Testing Protocol for EPA 1613B using Agilent Triple Quadrupole GC/MS, Determination of 2,3,7,8-substituted tetra- through octa-chlorinated dibenzo-p-dioxins and dibenzofurans - [5994-3029EN](#)
6. Tetra- Through Octa-Chlorinated Dioxins and Furans Analysis in Water by Isotope Dilution GC/MS/MS - [5994-0677EN](#)
7. Analysis of all 136 tetra- through octa- polychlorinated dibenzo-p-dioxins and dibenzofurans using an Agilent J&W FactorFour VF-Xms GC column - [SI-02196](#)

Información sobre pedidos de columnas y suministros para el análisis de dioxinas

En la siguiente tabla se ofrecen recomendaciones para productos de Agilent usados en este análisis, de modo que pueda encontrar rápidamente lo que busca. Haga clic en el vínculo Mi lista* en el encabezado siguiente para añadir los elementos a su lista “Productos favoritos” de la tienda en línea de Agilent. Después, introduzca las cantidades que necesita de cada producto. Su lista permanecerá guardada en “Productos favoritos” para que pueda usarla para futuros pedidos.

Mi lista de todos los consumibles para el análisis de dioxinas que figuran en la tabla.

Descripción	Referencia
Mi lista de patrones químicos	
Mezcla de dibenzo-p-dioxinas cloradas, 10 µg/ml, tolueno, 1 ml	RPE-065M-1
Mezcla de dibenzofuranos clorados, 10 µg/ml, tolueno, 1 ml	RPE-045M-1
2,3,7,8-tetraclorodibenzo-p-dioxina, 50 µg/ml, tolueno, 1 ml	RPE-029S-1
Octaclorodibenzo-p-dioxina, 50 µg/ml, tolueno, 1 ml	RPE-017S-1
2,3,7,8-tetraclorodibenzofurano, 50 µg/ml, tolueno, 1 ml	RPE-037S-1
1,2,3,7,8-pentaclorodibenzofurano, 50 µg/ml, tolueno, 1 ml	RPE-042S-1
1,2,3,4,7,8-hexaclorodibenzofurano, 50 µg/ml, tolueno, 1 ml	RPE-043S-1
Octaclorodibenzofurano, 50 µg/ml, tolueno, 1 ml	RPE-019S-1
Mi lista de columnas para GC: columna analítica principal	
DB-5, 60 m x 0,25 mm, 0,1 µm (método 16130 ⁵ de SGS Axys)	122-5061
DB-5ms UI, 60 m x 0,25 mm, 0,25 µm	122-5562UI
Columnas para GC: columna de confirmación (si es necesario)	
DB-225, 30 m x 0,32 mm, 0,25 µm	123-2232
Mi lista de consumibles para GC	
Liner de inyección, splitless, doble punta, desactivado	5181-3315
Séptum para inyector, sangrado y temperatura optimizados (BTO), antiadherente, 11 mm, 50/paq.	5183-4757
Sello de oro Ultra Inert con arandela, 1/paq.	5190-6144
Sello de oro Ultra Inert con arandela, 10/paq.	5190-6145
Tuerca de columna de autoapriete, con collarín, inyector	G3440-81011
Tuerca de columna de autoapriete, con collarín, MSD	G3440-81013
Férrulas, 15 % grafito/85 % Vespel, 0,4 mm de d. i., 10/paq.	5181-3323
Mi lista de viales y tapones	
Vial, tapón de rosca, ámbar, silanizado, zona de escritura, certificado, 2 ml, 100/paq.	5183-2072
Tapón, de rosca, azul, séptum de PTFE/silicona/PTFE, 100/paq. Tamaño del tapón: 12 mm	5182-0723
Inserto de vial, 250 µl, vidrio cónico con pies de polímero, desactivado, 100/paq., tamaño del inserto: 5,6 x 30 mm	5181-8872
Mi lista de consumibles para MS	
Filamento de EI (para sistemas 7000A/B/C/D, 5977B Inert Plus, 5977A con fuente extractora, inerte o de acero inoxidable y sistemas 5975)	G7005-60061
Filamento HES para el sistema GC/MS 7010 de triple cuadrupolo	G7002-60001
Mi lista de filtros de gas	
Kit de purificación de gases para gas portador, para sistemas 7890	CP17988
Kit de purificación de gases para gas portador, para sistemas 8890 y 8860	CP179880
Purificador de gas para gas portador, cartucho de repuesto	CP17973



* Si es la primera vez que utiliza la tienda en línea de Agilent, se le pedirá que introduzca su dirección de correo electrónico para verificar su cuenta. Si no tiene una cuenta registrada de Agilent, tendrá que registrarse en www.agilent.com/en/promotions/onlinestore-videos para obtener una. Esta función solo es válida en las regiones que tengan habilitado el comercio electrónico. Todos los artículos se pueden pedir también a través de sus canales habituales de venta y distribución.

Agilent CrossLab: conocimientos reales, resultados reales

Agilent CrossLab va más allá de los instrumentos: integra servicios, consumibles y gestión de recursos para todo el laboratorio. De este modo, su laboratorio puede mejorar la eficiencia, optimizar el funcionamiento, aumentar el tiempo de actividad de los instrumentos, desarrollar las habilidades de los usuarios y mucho más.

Para obtener más información acerca de Agilent CrossLab y conocer ejemplos de casos en los que se han conseguido grandes resultados, visite www.agilent.com/crosslab

España

901 11 68 90

customercare_spain@agilent.com

Europa

info_agilent@agilent.com

Asia-Pacífico

inquiry_lsca@agilent.com

DE44340.6673032407

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2021
Publicado en EE. UU. el 4 de junio de 2021
5994-3550ES