



PERÚ

Ministerio
de Salud

Dirección General
de Salud Ambiental



PROCEDIMIENTO DETERMINACIÓN DE PCB POR LA ASTM 4059D, Arocloros 1242, 1254 y 1260.

Quím. Cristina Toro Vilchez

**CURSO – TALLER DETERMINACION DE PCB EN ACEITES DIELECTRICOS POR
CROMATOGRAFÍA DE.**

COMERCIALIZACIÓN DE AROCLORES

- ▶ • **En Estados-Unidos**, MONSANTO comercializaba las mezclas siguientes :
[aroclortable.pdf](#)

AROCLOR 1016. AROCLOR 1221 ;
AROCLOR 1232 ; AROCLOR 1242 ;
AROCLOR1248 ; AROCLOR 1254 ;
AROCLOR 1260 ; AROCLOR 1262 ;
AROCLOR 1268.

- ▶ • **En Alemania**, BAYER comercializaba las mezclas siguientes :

CLOPHEN A30 ; CLOPHEN A40 ; CLOPHEN
A50; CLOPHEN A60 ; T64

TENDENCIA DE EVALUACIÓN

Isómeros que mayor tiempo tardan en degradarse [congenertable.pdf](#)

-PCB « indicadores »

Los 7 PCB « indicadores » abajo permiten de de seguir el impacto sobre el medio ambiente (no hay umbrales reglamentarios al día de hoy)

PCB	PCB 28	PCB 52	PCB 101	PCB 118	PCB 138	PCB 153	PCB 180
Grado de cloración	Tricloros	Tetracloros	Pentacloros	Pentacloros	Hexacloros	Hexacloros	Heptacloros
Ejemplo de presencia en las mezclas	DP3 o Aroclor 1016 y 1242	DP4 y DP5 o Aroclor 1242 y 1248	DP4 y DP5 o Aroclor 1254 y 1260	DP4 y DP5 o Aroclor 1248 y 1254	DP5 y DP6 o Aroclor 1254 y 1260	DP5 y DP6 o Aroclor 1254 y 1260	DP5 y DP6 o Aroclor 1254 y 1260

LIMITES PERMISIBLES DE PCB EN ACEITES DIELECTRICOS

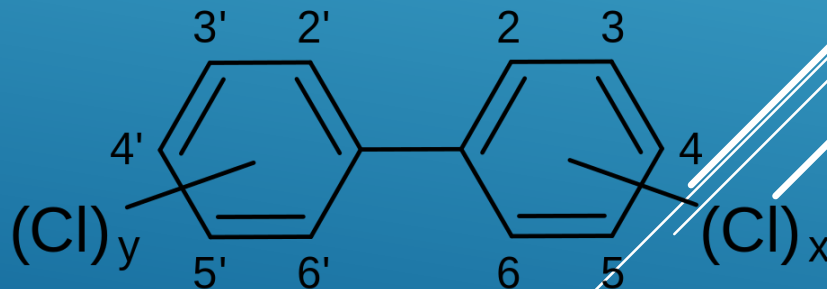
País / Continente	LMP (ug/g ó mg/kg)
PERÚ (Aún no hay legislación) pero adoptarán la del Convenio.	50
Colombia	2
Argentina. Provincia de Buenos Aires	2
Argentina	50
Europa	2

MÉTODO ASTM 4059 D (2010)

Aplicación:

Evaluación de PCB en aislantes dieléctricos (aceites o siliconas), como arocloros individuales o mezclas.

Arocloros encontrados comumente son: El aroclor 1242, aroclor 1254, aroclor 1260.



MÉTODO ASTM 4059 D (2010)

Resumen

El proceso de la muestra consiste en pesar 0.1 g y eluyendo 50 veces su masa, luego una limpieza con Florisil y determinación por GC-ECD

LDM esta alrededor de 1 mg/Kg

MÉTODO ASTM 4059 D (2010)

Importancia y uso:

- Cuantificación en esta técnica requiere condiciones idénticas para muestras y estándar
- Cada pico se identifica por su tiempo de retención relativo a la de un estándar (DDE o 4,clorofeniletano)
- evaluación pico-a-pico, mediante comparación del cromatograma con estándares de Arocloros.
- Los tipos y cantidades de PCB asociados con cada pico por GC-MS ver Tabla 1.

TABLA 1. AROCLOR 1254 - GC-MS

TRR	Peso en %	Numero de cloros en C
47	6.2	4
54	2.9	4
58	1.4	4
70	13.2	4, 25%
		5, 75%
84	17.3	5
98	7.5	5
104	13.6	5
125	15	5, 70%
		6, 30%
146	10.4	5, 30%
		6, 70%
160	1.3	6
174	8.4	6
203	1.8	6
232	1	7

MÉTODO ASTM 4059 D (2010)

Interferencias:

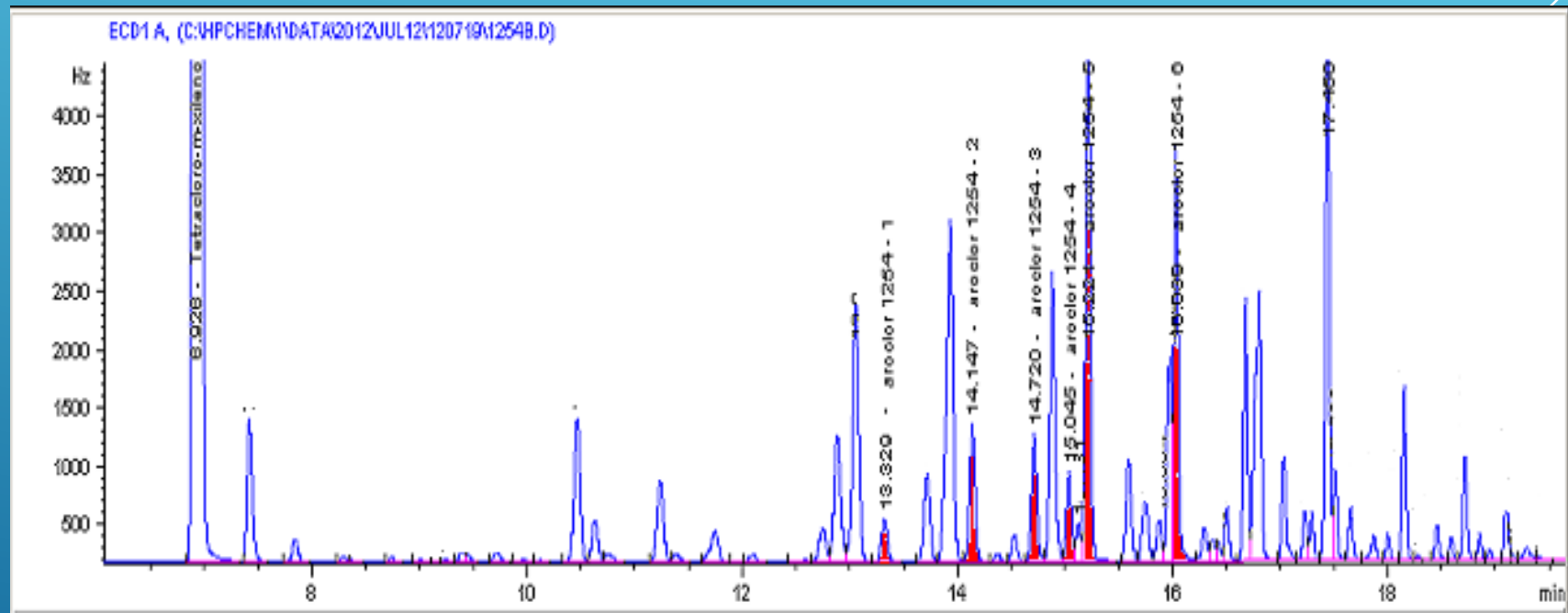
- Detector respuesta a otros halógenos, N, O. (picos inusualmente largos, relación.)
- Sensibilidad del detector se reduce en presencia de aceites. Curva matriz.
- Oxígeno residual en el gas de la fase móvil.
- Triclorobencenos
- Componentes de aceites minerales de alto peso molecular puede tener Tr mayores, resultando en picos "fantasma".

MÉTODO ASTM 4059 D (2010)

Condiciones Instrumentales

Columna	=	capilar de polidimetilsiloxano 15m x 0.53 mm x 1,5 µm
Inyector	=	'Split/splitless', 275 °C
Detector	=	ECD a 400 °C Gas auxiliar He = 32 ml/min
Horno	=	190 °C (1,0 min); 11 °C/min; 225 °C (1 min); 19 °C/min; 290°C (1 min)
Gas portador	=	He, 12 ml/min (flujo constante)

FIG 1. AROCLOR 1254 - CROMATOGRAMA GC-ECD



MÉTODO ASTM 4059 D (2010)

Curva de calibración

Volumen de alícuota de solución Intermedia (20 ug/mL)	Volumen Final mL	Concentración ug/mL
62.6	5	0.2504
125	5	0.5
250	5	1
500	5	2
1000	5	4

MÉTODO ASTM 4059 D (2010)

Cálculos

$$C_{Aro} = \frac{Q_p \times \sum A_m \times V_e}{\sum A_p \times W_m \times V_i}$$

donde:

C_{Aro} = concentración del Aroclor identificado en la muestra en mg/Kg

Q_p = cantidad inyectada del patrón de Aroclor en mg

$\sum A_m$ = suma de las áreas integradas de los picos seleccionados en el cromatograma del extracto F1 de la muestra

V_e = volumen anotado del extracto F1 de la muestra en μ l (véase el párrafo 10.5.4.3)

$\sum A_p$ = suma de las áreas integradas de los picos seleccionados en el cromatograma del patrón de Aroclor

W_m = Peso de de la muestra, en Kg

V_i = volumen inyectado del extracto F1 en μ l

Cálculos

-

$$\sum A_{\text{aro54}} C = \sum A_{\text{aro54}} - \sum A_{\text{aro42}} - \sum A_{\text{aro60}} \dots$$

$$\sum A_{\text{Aro60}} = \frac{C_{\text{aro60}} \times W_m \sum Ap_{(60)}}{Q_{p(60)}}$$

REFERENCIA

STANDARD TEST METHOD FOR ANALYSIS OF POLYCHLORINATED BIPHENYLS IN INSULATING LIQUIDS BY GAS CHROMATOGRAPHY1

ASTM 4059D (2010)[ASTMD4059.pdf](#)

<http://www.epa.gov/epawaste/hazard/tsd/pcbs/about.htm>

CURSO – TALLER DE CROMATOGRAFÍA DE GASES PARA ANALISIS DE PCB EN ACEITES DIELECTRICOS: FUNDAMENTOS, DESARROLLO DE MÉTODOS Y APLICACIONES, 2013 . Presentación Omar Bravo.

