Analizador TOC Fusion de **Teledyne Tekmar**

USEPA ANÁLISIS UV/PERSULFATO EN AGUAS POTABLES

AUTO CALIBRACIÓN

DILUCIÓN INTELIGENTE

CONTROLADOR DE FLUJO MÁSICO

MÉTODOS PRE-PROGRAMADOS

0.2 PPB LÍMITE DETECCIÓN

Nuestro departamento de aplicaciones está a su servicio. Consúltenos para demostraciones, cursos de formación y webinars

Aguas potables y tratadas US EPA 415.3, 9060A y SM5310

Rafer INNOVACIÓN TECNOLÓGICA PARA LABORATORIO

US Environmental Protection Agency
Analizador UV/Persulfato en aguas potables

RESUMEN

La medida rápida y precisa de Carbono a niveles traza en agua, es de interés en la industria farmacéutica, en la de agua potable y en aplicaciones medioambientales donde está restringido el vertido y la contaminación.

El análisis de Carbono Orgánico Total (TOC) se considera un indicador efectivo de la contaminación en agua. Dado que US EPA pone límites a los productos derivados de desinfección (DBPs) desde 1979 y por ello se requiere su análisis, el parámetro TOC se ha posicionado lentamente desde entonces para el exacto y rápido análisis de la contaminación del agua por DBP.

Los organismos municipales y los relacionados siguen las metodologías nacionales e internacionales reconocidas para el cumplimiento de la regulación US EPA incluyendo US EPA 415.3, 9060A y Sm5310. Esta nota aplicada muestra como el analizador basado en UV/ Persulfato cumple US EPA en agua potable (SM5310).

REQUISITOS DE CONTROL DE CALIDAD

El programa de control de calidad para el análisis de TOC de un laboratorio debe incluir:

- Blanco del reactivo de laboratorio (LRB).
- Patrones de calibrado (STDs).
- Muestras independientes para el control de calidad (QCS).
- Muestra enriquecida en el laboratorio sobre la matriz (LFM).
- Duplicados de laboratorio (LD).
- Chequeo final de calibración (ECC).
- Patrones de calibración analizados como muestras.

Tabla 1 - Requisitos de Control de Calidad

Control Calidad Tipo	Análisis en un lote	Criterio de aceptación
Blanco del reactivo de laboratorio (LRB)	Al empezar cada lote y cada 10 muestras	< 0.350 mg/L C
Patrones calibración (STDs)	4 puntos inferior a 10 mg/L C	($R^2 \geq 0.99$)
Muestras independientes para el control de calidad (QCS)	Cada 10 muestras	Rango definido por el fabricante
Muestra enriquecida del laboratorio (LFM)	1 por lote	Recuperación 80 – 120 %
Duplicados Laboratorio (LD)	1 por lote	Diferencia relativa <20%
Chequeo final calibrado (ECC)	Al final. Concentración media de curva	Recuperación 90 - 110%
Patrones de calibración analizados como muestras	Al final de cada lote	Recuperación 90 - 110%

CALIBRACIÓN

La curva de calibrado en el analizador de TOC modelo Fusion, se obtiene analizando patrones de 0.30, 2.0, 4.0 y 10 mg/L Carbono (C), mediante dilución manual de 1000 mg/L C patrón de Ftalato Hidrógeno Potásico. Cada uno de los patrones se analiza por triplicado.
El agua reactivo se utiliza como cero obteniendo una linealidad R^2= 0.99995. (Figura 1)

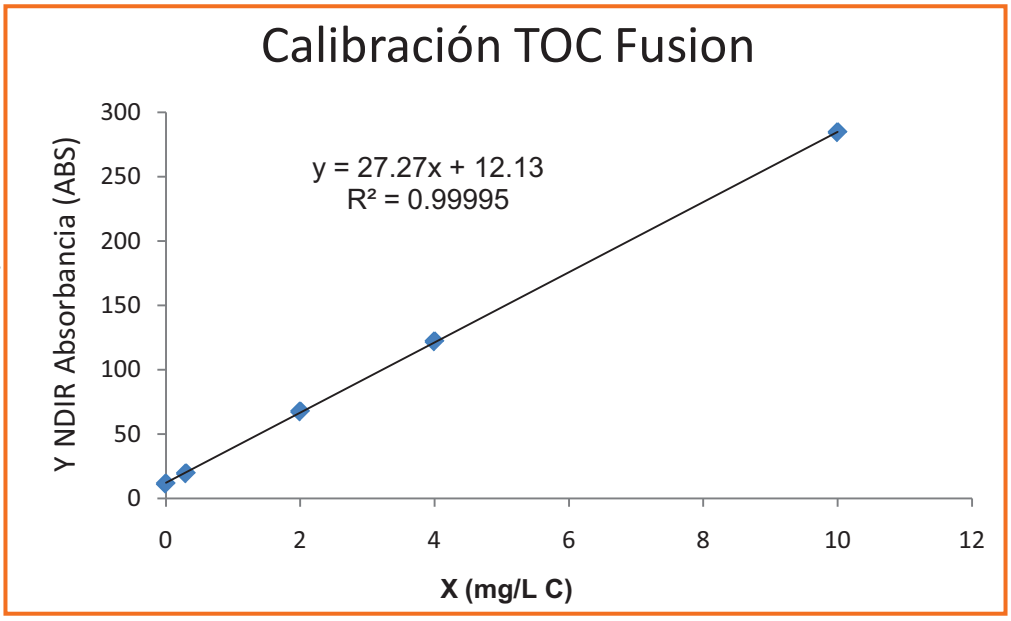

Figura 1 - Curva de calibración multipunto del analizador TOC Fusion

PARÁMETROS DEL MÉTODO

Los analizadores de TOC pueden utilizar diferentes técnicas para oxidar el carbono a CO_2, forma final que es detectada y cuantificada. El analizador de TOC Fusion utiliza la oxidación UV/ Persulfato. La oxidación UV/ Persulfato es altamente eficiente para muestras de aguas superficiales y aguas residuales sin grandes volúmenes de partículas.

Para detectar y cuantificar el CO_2 se utiliza un detector NDIR. El analizador de TOC modelo Fusion utiliza la tecnología SPC junto a la detección NDIR. La tecnología SPC es un proceso por el que se toma una sola medida de CO_2 una vez el detector NDIR ha sido presurizado. Esto se obtiene por la oxidación del Carbono mediante UV-Persulfato. En la fase de oxidación, la salida del detector se sella y el CO_2 se transfiere al interior del detector hasta un valor de presión predeterminado. Una vez alcanzada la presión seleccionada, todo el CO_2 se encuentra en el detector y se toma una sola lectura. La cantidad de CO_2 detectada se correlaciona con la cantidad de carbono en la muestra[1].

PARÁMETROS DEL MÉTODO

Parámetro	Valor
Volumen muestra	4.0 mL
Dilución	1:1
Volumen de ácido	1.0 mL
Volumen de reactivo	1.3 mL
Prelavado reactor UV	On
Volumen prelavado reactor UV	6.0
Número prelavados reactor UV	3
Volumen lavado aguja	5.0 mL
Vial Prime Volumen	2.0 mL
IC Sample Prime Volumen	2.0 mL
IC Sparge Rinse Volumen	10.0 mL
Tiempo estabilizado línea de base	0.70 min
Flujo presurizado detector	200 mL/min
Velocidad de jeringa a residuo	10
Velocidad jeringa ácido	7
Velocidad jeringa reactivo	7
Velocidad jeringa agua destilada	7
NDIR Presurizado	45 psig
Velocidad jeringa dispensado de muestra	7
Velocidad de jeringa aspirado de muestra	4
Velocidad de jeringa dispensado UV	7
Velocidad de jeringa aspirado UV	5
Velocidad de jeringa dispensado IC	7
NDIR estabilizado de presión	0.50 min
Mezcla de muestra	Off
Ciclos de mezcla de muestra	1
Volumen mezcla de muestra	10.0
Filtro bajo nivel NDIR	Off

Tabla 2 - Parámetros de análisis para aguas superficiales.

Volumen de muestra 4.0mL – 6.0mL es adecuada. Permite disponer de sensibilidad y poder efectuar réplicas. El uso de un tiempo largo de pre purga permite el análisis de muestras sin partículas y o con gran cantidad de partículas de pequeño tamaño.

Parámetro	Valor
Patrón de chequeo - (1.80 mg/L C Certificado)	1.9350
Blanco	0.0942
Basin #7 Tratada 07/07/10	2.5861
Basin #7 Tratada 07/07/10 añadido 4mg/L C (LFM1)	6.6756
Basin #7 Tratada 08/04/10	1.9647
Basin #4 Tratada 07/07/10	2.1431
Basin #4 Tratada 07/07/10 añadido 4 mg/L C (LFM2)	6.5952
Basin #1 Tratada 07/07/10	2.2215
Basin #3 Tratada 08/10/10	1.8317
Basin #4 No tratada 07/07/10	3.0078
Basin #5 Tratada 08/10/10	4.8528
Basin #6 Tratada 08/10/10	3.5537
Blanco	0.1066
Patrón de chequeo - (4.32 mg/L C Certificado)	4.3788
Basin #4 Tratada 07/07/10	2.0717
Basin #1 No tratada 07/07/10	3.3079
Basin #1 No tratada 08/04/10	3.2957
Basin #1 Tratada 08/04/10	2.3404
Basin #2 Tratada 8/10/10	3.3351
Basin #4 Tratada 07/07/10 añadido 4mg/L C (LFM2)	6.8022
Basin #4 No tratada 08/10/10	2.0552
Patrón de chequeo (4.32mg/L C Certificado)	4.5501
ECC4	3.9443
4 ppm patrón calibración	4.2410
10 ppm patrón calibración	9.9385

Tabla 3 - Análisis de muestra de aguas superficiales.

Análisis en el método	Exigencia	Analizador TOC Fusion	Fusion excede Especificación
Blanco del reactivo de laboratorio (LRB)	< 0.350mg/L C	0.0942mg/L C 0.1066mg/L C	✓
Patrones calibración (STDs)	($R^2 \geq 0.99$)	0.99995	✓
Muestras independientes para el control de calidad (QCS)	1.5205 - 2.0808 mg/L C 3.9312 - 4.8816 mg/L C	1.9350mg/L C 4.3788mg/L C	✓
Muestra enriquecida del laboratorio (LFM)	80 – 120 % recuperación	Recuperación 99 %	✓
Duplicados Laboratorio (LD)	RPD < 20%	3 %	✓
Chequeo final calibrado (ECC)	Recuperación 90-110%	99 %	✓
Patrones de calibración analizados como muestras	Recuperación 90-110%	106 % 99 %	✓

Tabla 4 - Analizador Fusion TOC resultados exigidos para Control de Calidad

CONCLUSIONES

El analizador de TOC Fusion se basa en la oxidación mediante UV/ Persulfato y detección NDIR con la tecnología SPC que mide directa y exactamente el gas CO_2 del Carbono Orgánico en la muestra.
Este genera un método para la medida de TOC libre de interferencias. Esto genera años de vida al detector.
La calibración automática hace de Fusion una buena elección para el análisis del parámetro TOC, según método 5310.

Fusion cumple adicionalmente USEPA 415.3:

- **Precisión y exactitud sobresalientes**
  - ± 1% RSD
  - Límite de detección: 0.2 ppb
- **Fácil y rápido calibrado automático partiendo de un patrón y verificación de la calibración**
- **Métodos precargados con parámetros por defecto**
  - Métodos utilizables en la mayoría de laboratorios sin modificación
- **NDIR acoplado a la tecnología SPC**
  - Robusto detección funcional del CO_2 para el análisis de TOC.

REFERENCIAS

1. TOC Fusion Manual.

2. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 19th Edition 1995.

3. Potter, B. and Wimsatt, J. "USEPA Method 415.3 – Determination of TOC and SUVA at 254nm in Source Water and Drinking Water." National Exposure Research Laboratory, Office of Research and Development, USEPA, Cincinnati, OH, June 2003.

ABREVIATURAS

TOC	Carbono Orgánico Total
SM5310	Método 5310
US EPA	United States Environmental Protection Agency
NDIR	Infrarrojo No Dispersivo
ABS	Absorbancia
SPC	Concentración a Presión Estática
DBPs	Subproducto desinfección
UV	Ultra Violeta
min	Minutos
mL	Mililitros
IC	Carbono Inorgánico
HTC	Combustión a Alta Temperatura
CO_2	Dióxido de Carbono
QCS	Muestras independientes para el control de calidad
ECC	Chequeo Final Calibrado
LD	Duplicados de Laboratorio
LFM	Muestra enriquecida del Laboratorio
STDs	Patrones de calibración
LRB	Blanco del Reactivo de Laboratorio

Rafer
INNOVACIÓN
TECNOLÓGICA
PARA LABORATORIO

www.rafer.es

Barcelona	Bilbao	La Coruña	Madrid	Málaga	Sevilla	Valencia	Zaragoza	Lisboa
93 645 50 28	94 499 85 80	981 93 89 26	91 365 15 70	639 359 792	954 369 334	96 340 48 00	976 23 74 00	21 154 19 98
barcelona@rafer.es	bilbao@rafer.es	galicia@rafer.es	madrid@rafer.es	malaga@rafer.es	sevilla@rafer.es	levante@rafer.es	rafer@rafer.es	lisboa@rafer.es