

Guía de trabajo para el uso de muestreadores pasivos utilizando resina XAD2

Elaborado por

CESAR RAMIRO CASTRO

YOLANDA PASTOR

ILDA CHICA ANDRADE

Ministerio de Electricidad y Energía Renovable - Ecuador

PROYECTO

RLA7019 Developing Indicators to Determine the Effect of Pesticides, Heavy Metals and Emerging Contaminants on Continental Aquatic Ecosystems Important to Agriculture and Agroindustry (ARCAL CXXXIX)

2016

Guía de trabajo para el uso de muestreadores pasivos utilizando resina XAD2

1. OBJETIVO GENERAL

Responder a la necesidad a nivel regional, de incorporar el uso de herramientas analíticas en los proyectos de gestión de recurso hídrico, con el fin de tener una mejor comprensión de los impactos que los xenobióticos derivados de actividades agrícolas y agroindustriales pueden causar en los ecosistemas acuáticos de la región Latinoamericana.

2. OBJETIVO DE LA GUÍA:

Brindar lineamientos básicos para el uso de resina XAD2 con muestreadores pasivos para evaluar la presencia de residuos de plaguicidas en cuerpos de agua en condiciones de campo.

3. ALCANCES

Promover la implementación del uso de resina XAD2 en muestreadores pasivos con el fin de determinar los niveles de residuos de plaguicidas derivados de actividades agrícolas y agroindustriales de cuerpos de agua en zonas de estudio.

4. TERMINOLOGIA

Muestreador pasivo: Dispositivo que captan contaminantes ambientales

Resina XAD2: Copolimero hidrofóbico de estireno divinyl benceno

Xenobiótico: Compuesto cuya estructura química es extraña a la naturaleza

Cuerpo de agua: Diferentes formas de agua encontradas en la naturaleza

5. PRINCIPIO

Un muestreador pasivo es un dispositivo que permite monitorear un compartimento ambiental en un lapso de tiempo indefinido y determinado de acuerdo al interés del estudio. En cuerpos de agua el muestreador puede ser colocado y asegurado de tal manera que corrientes de agua esporádicas o continuas no lo acarreen consigo, el muestreador permitirá realizar un monitoreo constante de los niveles de residuos de plaguicidas presentes.

El muestreador consta de dos partes, un contenedor de acero inoxidable y un receptor que sostiene una membrana de diferentes tipos que retienen compuestos hidrofóbicos o hidrofílicos estos últimos los más importantes por ser biológicamente disponibles. Debido al precio de estas membranas y difícil disponibilidad se buscó una alternativa utilizando el receptor de membranas se diseñó un sistema de una funda de malla de teflón o tela conteniendo en el interior 2 g de resina XAD2 adsorbente de eficiencia paralela, menor costo porque es también reutilizable y de mayor disponibilidad.

La Resina XAD2 es un copolimero entrecruzado de styrene-divinylbenceno que contenida en una funda de teflón o tela es suspendida en el interior del muestreador, la resina adsorbe los contaminantes presentes en el agua. En el laboratorio es extraída con solvente orgánico para su análisis por técnicas analíticas convencionales para la determinación de los residuos de los contaminantes presentes. La resina debe ser remplazada completamente cada vez que el muestreador es armado e instalado en el sitio de monitoreo de acuerdo al cronograma de muestreo establecido.

6. LINEAMIENTOS PARA EL CONTROL DE CALIDAD

6.1. Control de calidad en la limpieza de la resina

- La limpieza de la resina debe ser verificada previo a su uso.
- La funda de teflón o tela debe ser cerrada para evitar perder su contenido.
- Si la funda de teflón o tela es reusada primero debe ser adecuadamente limpiada.

6.2. Control de calidad en la ejecución del ensayo

Características del agua o suelo:

Manejo de los especímenes de ensayo:

7. PROCEDIMIENTO

7.1. Materiales

- Muestreador de acero inoxidable
- Cadena u otro material que permita asegurar el muestreador
- Funda de teflón o tela para contener resina XAD2

7.2. Cristalería:

- Frascos de vidrio o vasos de precipitación para lavar la resina y la tela
- La requerida según el método de análisis establecido para la resina XAD2
-

7.3. Equipo

- Balanza Analítica
- Balanza granataria o semi-analítica
- Cromatógrafo de gases y/o HPLC

7.4. Reactivos

- Agua destilada, metanol y etil acetato para lavar la resina.
- Supelco – Amber Lite XAD-2 - 20 a 60 mesh – Cat N°1-0357
- Disolvente orgánico apropiado para la extracción de la resina, es posible utilizar acetonitrilo, acetona ó etil acetato.

7.5. Desarrollo

7.5.1. Preparación de la Resina XAD2

- a. 100g de resina son colocados en una probeta de 500 ml, se añade agua destilada hasta 300 ml y es dejada en reposo por una noche.
- b. Al día siguiente la resina es lavada con abundante agua destilada en la probeta, las partículas finas son eliminadas por decantación.
- c. A continuación se añade 200 ml de metanol y se coloca en baño ultrasónico por 15 minutos, se descarta el solvente y se continúa el lavado utilizando acetonitrilo y etil acetato en idénticas condiciones.
- d. El etil acetato del último lavado debe ser concentrado e inyectado en el GC para verificar la limpieza de la resina y la ausencia de contaminantes que pueden interferir en el análisis.
- e. La resina lavada puede ser almacenada en solvente (metanol) o secada al ambiente y colocada en un frasco ambar.



Figura 1. Lavado de la resina

7.5.2. Preparación del soporte de la resina

- El material óptimo para usar como soporte de la resina es una tela malla de teflón, se puede usar como alternativa tela sintética SEFAR MESH 43/110 (43 perforaciones/cm², 110 perforaciones/pulg²). También puede utilizarse tela de shifón, poliéster o nylon previa verificación de desempeño.
- Lavar la tela con una adecuada cantidad de metanol en baño ultrasónico por 15 min.
- Recortar dos láminas de tela de acuerdo a la forma y al tamaño de la arandela metálica que sirve de soporte de la resina
- Pesar 2 g de resina seca dispersa en metanol en la lámina de tela, cubrir con la otra lámina de tela malla y asegurar la resina colocando la arandela metálica con los tornillos correspondientes.



Figura 2. Pesado de la resina



Figura 3. Resina en soporte metálico

7.5.3. Preparación del muestreador

- El dispositivo con soporte para tres arandelas metálicas es armado y acoplado a la jaula del muestreador.



Figura 4. Colocación de arandelas metálicas en el dispositivo y en el muestreador

El muestreador armado es colocado en el sitio de interés y retirado de acuerdo al cronograma de muestreo establecido, las láminas de tela con la resina pueden ser remplazadas por nuevas en el punto de muestreo y las usadas trasladadas al laboratorio para su análisis.



Figura 6. Muestreador colocado en cuerpo de agua en el campo.

7.5.4. Extracción de la resina

Una vez en el laboratorio la resina es extraída de acuerdo a los analitos de interés. Se ha probado con éxito para plaguicidas organoclorados y fosforados para ser analizados por GC/MS/MS y GC/ECD el siguiente procedimiento:

- a. La resina húmeda es retirada de la lámina de tela y colocada en un frasco de color ambar,



Figura 7. Colocación de resina en frasco

- b. La resina es secada bajo atmósfera de nitrógeno por aproximadamente dos horas en una plancha caliente.



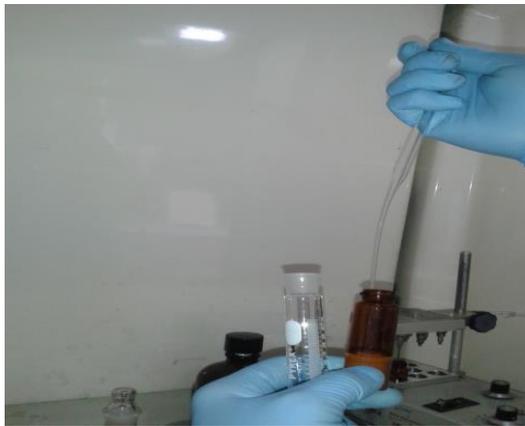
Fig. 8 Secado de resina

- c. Una vez seca la resina es extraída por dos ocasiones con 5 ml de Acetonitrilo en baño ultrasónico por 15 min.



Figura 9. Extracción de la resina.

- d. El extracto en acetonitrilo se concentra con nitrógeno hasta 1 ml.



- e. El extracto final de la muestra es inyectado en el GC /MS/MS para su análisis.

8. REFERENCIAS

Intergovernmental Oceanographic Commission, Chlorinated Biphenyls in open ocean waters : Sampling, Extraction, Clean-up and Instrumental Determinations, Unesco 1993.