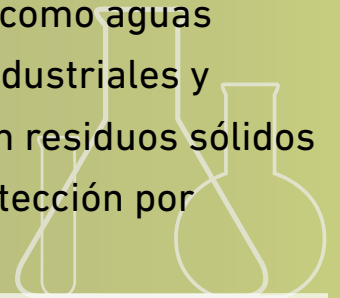


# 8084UY

Determinación de AOX en muestras líquidas, como aguas naturales y aguas residuales domésticas e industriales y soluciones resultantes del test de toxicidad en residuos sólidos  
Método de adsorción en carbón activado y detección por titulación coulombimétrica



---

**Elaborado** - N. Barboza

---

**Modificado** - E. Geymonat

---

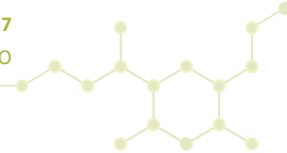
**Revisado** - A. Mangarelli, Jefe Sección Instrumental

---

**Aprobado** - N. Barboza, Director División Laboratorio Ambiental

---





## 1. APLICACIÓN

- 1.1. Esta normativa técnica se aplica para la determinación de AOX en muestras líquidas, como aguas naturales y aguas residuales domésticas e industriales, y soluciones resultantes del test de toxicidad en lixiviados. El límite de detección es de 8 µg/L, en tanto el límite de cuantificación es de 20 µg/L. El rango de trabajo alcanza los 5 mg Cl/L.

## 2. REFERENCIAS

- 2.1. Manual de Calidad – Laboratorio Ambiental DINAMA
- 2.2. Manual de Gestión de Calidad – Laboratorio Ambiental DINAMA
- 2.3. Manual de Control de Calidad Analítico – Laboratorio Ambiental DINAMA
- 2.4. Carpeta de mantenimiento y control de equipos – Laboratorio Ambiental DINAMA
- 2.5. Procedimiento: “Simulacro de la lixiviación que ocurre cuando un residuo sólido es dispuesto en un relleno sanitario, por medio de una extracción rápida y en condiciones de pH similares al agua de lluvia, para la determinación de constituyentes no volátiles.” (3261UY)
- 2.6. Instructivo de uso del equipo de determinación Analytik Jena Multi X 2000 (INE 73)
- 2.7. Instructivo de uso de módulo AP2P, Analytik Jena, para método por columna (INE 74)
- 2.8. Instructivo de uso de módulo DF3U, Analytik Jena, para método batch (INE 75)
- 2.9. Instructivo de uso de balanza Precisa de plato abierto (INE 06)
- 2.10. Instructivo de uso del baño con agitación y temperatura (INE 68)
- 2.11. Instructivo de destilador y Milli Q (INE 28, INE 36)
- 2.12. Ruta de análisis código (RIN 32)

## 3. RESUMEN DEL MÉTODO

- 3.1. Los compuestos orgánicos halogenados adsorbibles (AOX) se definen como la suma de los compuestos halogenados (halógenos: cloro, bromo y yodo) posibles de ser adsorbidos en carbón activado. Los haluros inorgánicos extraídos por el carbón activado, son desplazados con una solución de nitrato de sodio acidificada. El carbón activado conteniendo los AOX sufre un proceso de combustión frente a corriente de oxígeno donde se forman los haluros de hidrógeno (HCl, HBr, HI). El gas de combustión conteniendo los haluros de hidrógeno es secado con ácido sulfúrico antes de ingresar a la celda coulombimétrica, donde, mediante una valoración argentométrica, se determina la concentración másica de cloruro. Los AOX se expresan como mg Cl/L.

## 4 PRECAUCIONES DE SEGURIDAD

- 4.1. Se requieren túnica, guantes y anteojos de protección.
- 4.2. Cada reactivo debe ser considerado como un peligro potencial para la salud, la exposición a los mismos debe ser minimizada.
- 4.3. El ácido sulfúrico es altamente corrosivo, causa quemaduras, irrita el sistema respiratorio. Evitar inhalación y contacto con la piel.

## 5. INTERFERENCIAS

- 5.1. La presencia de cloro activo y algunos compuestos inorgánicos de iodo y bromo, pueden dar valores elevados de AOX. El agregado de una solución de sulfito de sodio 1 M (hasta 10 mL por litro de muestra) enseguida del muestreo puede evitar la reacción de estos agentes oxidantes con los compuestos orgánicos de la muestra. Para verificar la presencia de cloro activo antes o después de la adición de sulfito de sodio, disolver algunos cristales de yoduro de potasio en una porción de muestra y luego agregar una solución de almidón al 1 %; un color azul indica la presencia de cloro activo.
- 5.2. El método es aplicable a muestras con contenido de iones cloruro inorgánicos menores a 1 g/L. En caso de muestras con alta concentración de iones cloruro, el método de adsorción en batch puede presentar más interferencias que el método de adsorción en columna.
- 5.3. Muestras con valores de carbono orgánico disuelto mayores a 100 mg/L (nota: puede considerarse como orientativo un valor de DQO mayor a 100 mg/L), pueden generar un sesgo negativo en los resultados, por lo

que en estos casos se debe analizar una dilución de la muestra de manera de disminuir la materia orgánica interferente. (Según ISO 9562:2004, apartado 9.1, nota 2, se puede asumir una adsorción completa de la muestra si el carbono orgánico disuelto es menor a 10 mg/L)

- 5.4. Alta carga de detergentes interferirán en la medida. Para esto es conveniente diluir la muestra o usar tres columnas en simultáneo. Para este tipo de matrices es necesario chequear que la adsorción haya sido completa, en caso contrario, se requerirá de un prefiltro para aumentar la cantidad de adsorción.
- 5.5. Para muestras con alto contenido de sólidos suspendidos, es preferible el método de batch.
- 5.6. Para muestras con contenido de cloruro mayor a 1 g/L y hasta 100 g/L, y con altos valores de carbono orgánico disuelto (hasta 1000 mg/L), se debe utilizar el método de SPE-AOX descrito en el anexo A de la norma ISO 9562:2004.

## 6. MUESTREO Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA

- 6.1. Recolectar la muestra en envase de vidrio color ámbar, previamente enjuagado con hexano y acetona. 500 mL son suficientes para análisis en aguas naturales y 100 mL para matrices del tipo aguas tratadas. Recolectar la muestra sin cámara de aire, con contratapa de teflón o papel de aluminio.
- 6.2. Se recomienda analizar lo antes posible. Si esto no es posible, acidificar con ácido nítrico (HNO<sub>3</sub> concentrado) hasta pH < 2. Refrigerar a ≤ 6 °C (> 0 °C). En esas condiciones el parámetro puede ser determinado hasta 21 días después de extraída la muestra.

## 7. INSTRUMENTAL Y MATERIALES

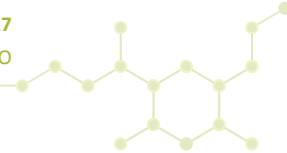
- 7.1. Equipo de extracción, método por columna AP 2P. Analytic Jena.
- 7.2. Equipo de extracción, método por batch (Buchner o DF3U)
- 7.3. Equipo de determinación, MULTI X 2000. Analytic Jena, con sus accesorios:
  - tubo de combustión
  - celda electrolítica
  - tubo barboteador
  - columnas de cuarzo (dimensiones: 16 mm x 8 mm, 16 mm x 10 mm, 20 mm x 10 mm).
- 7.4. Pipetas automáticas de volumen variable (10-100 µL, 100-1000 µL, 1-10 mL).
- 7.5. Probetas de 100, 250 y 500 mL.
- 7.6. Matraces aforados de 100 mL, 500 mL y de 1000 mL
- 7.7. Recipientes de vidrio 300 mL aprox. (pueden ser botellas de DBO o frascos Schott).
- 7.8. Balanza de resolución 0,001 g
- 7.9. Baño de agua con control de temperatura y agitación.
- 7.10. Equipo desionizador de agua.
- 7.11. Equipo para filtración a vacío: bomba de vacío, trampa de agua, kitsato receptor del filtrado y portafiltro.
- 7.12. Filtros de policarbonato de 0,45 µm de tamaño de poro

*Nota 1: Todo el material de vidrio debe ser enjuagado con hexano y acetona previo a su uso.*

*Nota 2: Las marcas mencionadas son las que cuenta el Laboratorio Ambiental de DINAMA. Esto no implica que sea el único que pueda ser utilizado. Cada laboratorio evaluará el equipamiento necesario para la determinación analítica.*

## 8. REACTIVOS

- 8.1. Agua grado 1, según ISO 3696, con contenido de TOC inferior a 10 µg/L.
- 8.2. Ácido acético glacial (C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub> Nro. CAS 64-19-7) 99 %.
- 8.3. Etanol (C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O Nro. CAS 64-17-5) grado PA.
- 8.4. Solución a: tomar 200 mL de ácido acético glacial en un matraz aforado de 1000 mL. Agregar 500 mL de agua 8.1 y 4 mL de HNO<sub>3</sub> concentrado. Llevar a volumen con agua 8.1. Esta solución es estable por 6 meses en el refrigerador



- 8.5. Solución **b1**: agitar 4 g de gelatina en 400 mL de agua 8.1 durante 3 horas. Disolver a temperatura entre 35 y 45 °C.
- 8.6. Solución **b2**: disolver 1,0 g de timol ( $C_{10}H_{14}O$  Nro. CAS 89-83-8), y 0,3 g de azul de timol ( $C_{27}H_{30}O_5S$  Nro. CAS 76-61-9) en 500 mL de metanol ( $CH_3OH$  Nro. CAS 67-56-1) grado plaguicida.
- 8.7. Solución **b**: enfriar solución b1 a 18-22 °C y lentamente agregarla sobre la solución b2. Filtrar sobre un matraz aforado de 1000 mL y enrasar con agua 8.1. Esta solución es estable por 6 meses en el refrigerador. Si se complica el filtrado se puede dejar decantar la gelatina y tomar de la solución sobrenadante.
- 8.8. Solución electrolítica: tomar 8 mL de la solución b en un matraz aforado de 100 mL y llevar a volumen con la solución a. Esta solución es estable por 1 mes a 20-25 °C, en recipiente de vidrio ámbar.
- 8.9. Solución nitrato de sodio stock: disolver 17 g de nitrato de sodio ( $NaNO_3$  Nro. CAS 7631-99-4) PA en agua. Agregar 25 mL de ácido nítrico concentrado ( $HNO_3$  Nro. CAS 7697-37-2) y llevar a un volumen de 1000 mL con agua 8.1. Esta solución es estable por 3 meses en botella de vidrio ámbar.
- 8.10. Solución de nitrato de sodio de lavado: tomar 50 mL de la solución de  $NaNO_3$  stock y llevar a 1000 mL con agua 8.1. Esta solución es estable por 1 mes en botella de vidrio ámbar.
- 8.11. Ácido 2-clorobenzoico, solución madre (250 mg/L AOX): en un matraz aforado de 100 mL, se disuelven 110,4 mg de ácido 2-clorobenzoico ( $ClC_6H_4COOH$  Nro. CAS 118-91-2) con agua 8.1 y se lleva a volumen. La disolución del ácido 2-clorobenzoico es muy lenta, por lo que es recomendable prepararla el día previo a su utilización. Esta solución puede conservarse hasta un mes en recipiente de vidrio, y a temperatura  $\leq 6$  °C ( $> 0$  °C).
- 8.12. 4-Clorofenol, solución stock (200 mg/L de AOX): Disolver 72,5 mg de 4-Clorofenol ( $C_6H_5ClO$  Nro. CAS 106-48-9) en agua 8.1 en un matraz aforado de 100 mL y llevar a volumen con agua 8.1. Se puede utilizar material de referencia certificado de 4-clorofenol, de 200 mg/L AOX (Merck HC132611 o similar).
- 8.13. Ácido clorhídrico diluido (HCl Nro. CAS 7647-01-0): Concentración 0,010 mol/L. La molaridad debe ser conocida exactamente ya que se usa para chequear la titulación.
- 8.14. Ácido nítrico ( $HNO_3$  Nro. CAS 7697-37-2), 65 % (densidad 1,4 g/mL)
- 8.15. Ácido nítrico diluido, 0,02 mol/L. Esta dilución se utiliza como blanco de reactivo.
- 8.16. Ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$  Nro. CAS 7664-93-9), 1,84 g/mL.
- 8.17. Solución de sulfito de sodio ( $Na_2SO_3$  Nro. CAS 7757-83-7). Disolver 126 g de  $Na_2SO_3$  PA con agua en un matraz de 1000 mL. Esta solución es estable durante un mes si se conserva a temperatura  $\leq 6$  °C ( $> 0$  °C)
- 8.18. Ioduro de potasio (KI Nro. CAS 7681-11-0), calidad PA.
- 8.19. Solución de almidón ( $[C_6H_{10}O_5]_n$  Nro. CAS 9005-25-8), con una fracción másica de 1 %.
- 8.20. Carbón activado para método de adsorción **por columna**: tamaño de partículas: 50-150  $\mu m$ , índice de yodo  $> 1050$  y valor de blanco  $< 15$   $\mu g/g$  Cl. Marca Analytik Jena, código: 402-810.004 o similar.
- 8.21. Carbón activado para método de adsorción **por batch**: tamaño de partículas: 50-150  $\mu m$ , índice de yodo  $> 1050$  y valor de blanco  $< 15$   $\mu g/g$  Cl. Marca Analytik Jena, código: 402-810.025 o similar.
- 8.22. Carbón activado para filtro: marca Analytik Jena, código: 402-810.031 o similar.
- 8.23. Oxígeno, pureza 99,95%.
- 8.24. Lana de cerámica: muflar a 550 °C por dos horas antes de usar. Guardar en tubo de vidrio limpio con tapa rosca.

*Nota 3: Salvo que se especifique, se debe emplear reactivos para análisis (PA), que son aquellos cuyo contenido en impurezas no rebasa el número mínimo de sustancias determinables por el método que se utilice.*

## 9. PRECAUCIONES PARA LA OPERACIÓN

Siempre antes de comenzar con las muestras, es necesario realizar las siguientes etapas con el equipo utilizado para la determinación:

- 9.1. Retirar el tubo de combustión, extraer las columnas que hayan quedado del día anterior, y sin tocar con los dedos, enjuagar el exterior del mismo con etanol.
- 9.2. Descartar el  $H_2SO_4$  del tubo barboteador, y rellenar con una nueva porción de 15 mL. Si se encuentran gotas en las paredes arrastrarlas con agua, previo al agregado del nuevo ácido.
- 9.3. Descartar la solución electrolítica, enjuagar con una nueva porción y colocar entre 15 y 20 mL de nueva

solución electrolítica. Verificar la fecha de vencimiento. Si por alguna razón se requiere repetir el end point routine del equipo, cambiar la solución electrolítica.

- 9.4. Verificar el estado del electrodo y de la pastilla magnética de la celda. La pastilla magnética no deberá contener depósitos sólidos, de lo contrario limpiarla cuidadosamente con una lija de papel.

## 10. CALIBRACIÓN DEL MÉTODO

- 10.1. Soluciones de verificación: a partir del estándar 8.11 u 8.12 preparar al menos 5 soluciones estándares (por ejemplo 30, 50, 100, 150 y 250 µg/L AOX). Se comparan los resultados medidos con los resultados nominales (% recuperación) y se grafica la concentración nominal (x) vs la concentración medida (y). El coeficiente de correlación debe ser mayor o igual a 0,999 y los % de recuperación deben estar entre 95 -105 %.

Estas soluciones de verificación se analizan al menos una vez al año.

- 10.2. Solución control: a partir del estándar 8.11 u 8.12 preparar una solución de concentración final 50 µg/L o 100 µg/L AOX. Cada 100 mL de solución, se agregan 5 mL de solución stock de nitrato de sodio, y se lleva a pH < 2 con HNO<sub>3</sub> (0,2 mL de HNO<sub>3</sub> concentrado es suficiente).
- 10.3. Se registra la toma del estándar original y el volumen final de la solución, en la ruta de análisis correspondiente.

## 11. ANÁLISIS DE LA MUESTRA

- 11.1. Para aguas naturales, tomar 100 mL de muestra y analizar sin dilución. Los efluentes industriales deben analizarse diluidos (mínimo 1/20) tomando no menos de 5 mL de muestra y llevando a 100 mL con agua 8.1. Registrar la toma de muestra y el volumen final en el RIN 32.

*Nota 4: Las tomas de muestra se realizan en balanza con resolución de 0,001 g. Se considera la densidad de la muestra igual a 1 g/mL; en caso contrario, corregir según la densidad de la muestra inicial y final.*

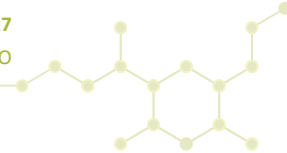
- 11.2. Acidificar la porción de muestra hasta pH < 2 con HNO<sub>3</sub> si no fue preservada en el momento de recepción de la misma (para aguas naturales y efluentes industriales diluidos 0,2 mL de HNO<sub>3</sub> concentrado en general es suficiente).
- 11.3. Adicionar 5 mL de solución stock de nitrato de sodio, cada 100 mL de muestra (o dilución de muestra apropiada).
- 11.4. Adsorción de la muestra en carbón activado.
  - 11.4.1. **Método de columna**
    - 11.4.1.1. Preparar diariamente las columnas de carbón activado (columnas de cuarzo de 16 mm x 10 mm con lana de cerámica muflada en los extremos) y cargar los dúplex.
    - 11.4.1.2. Verificar nivel de NaNO<sub>3</sub> de lavado en el recipiente correspondiente y cantidad de muestra suficiente
    - 11.4.1.3. Colocar las muestras sobre los agitadores magnéticos del módulo AP2P, agregando una pastilla magnética.
    - 11.4.1.4. Seguir los pasos del INE 74 (por cada par de muestras, la extracción tarda aproximadamente 35 minutos)
    - 11.4.1.5. Retirar los dúplex y colocarlos sobre papel para eliminar el exceso de agua.

*Nota 5: Para muestras con alta carga de partículas, es conveniente utilizar el triplex, siendo la primera columna un filtro de lana de cerámica. Si la muestra además contiene altas cantidades de detergente, es conveniente utilizar la primera columna (del triplex) con carbón activado. Posteriormente se queman las tres partes, y por lo general es el prefiltro y la primera columna juntas y después la segunda columna.*

*Nota 6: Para muestras salinas, es conveniente utilizar SPE AOX, pero hay que mencionarlo en el reporte ya que a partir de esta modificación del procedimiento no se determinan AOX totales.*

### 11.4.2. Método de batch

- 11.4.2.1. Agregar 50 mg de carbón activado para método batch (8.23) a la muestra.
- 11.4.2.2. Agitar la muestra durante una hora en baño de agua INE 68.



11.4.2.3. La filtración puede hacerse por dos maneras diferentes:

#### 11.4.2.3.1. Método de filtración con Büchner

- Tomar la muestra y filtrarla a través de un filtro de policarbonato de tamaño de poro de 0,45  $\mu\text{m}$ , y diámetro 47 mm.
- Llenar la columna de cuarzo (20 x 10) con cerámica de vidrio, aproximadamente 70 % de la capacidad.
- Enjuagar con 25 mL de  $\text{NaNO}_3$  desde una pisseta, el recipiente utilizado para la agitación, incluyendo el tapón para arrastrar todo el carbón que pueda haberse quedado retenido. No es posible utilizar más de 25 mL de  $\text{NaNO}_3$  porque puede disminuir la recuperación de AOX
- No secar demasiado con la filtración, para evitar adsorber compuestos halogenados del ambiente de trabajo y evitar secar el carbón activado.
- Con la ayuda de 2 pinzas, doblar dos veces el filtro de policarbonato para poder colocarlo dentro de las columnas de cuarzo de 20 mm x 10 mm conteniendo la lana de cerámica.
- Colocar nuevamente lana de cerámica sobre el carbón.

#### 11.4.2.3.2. Método de filtración con módulo DF 3U

- Seguir las instrucciones del INE 75.
- Lavar los recipientes de filtración previo al uso con solución stock de  $\text{NaNO}_3$ . Si continúan sucios, utilizar etanol como solvente de limpieza.
- Cubrir un 70 % de las columnas de cuarzo de 20 mm x 10 mm con lana de cerámica
- Cerrar las tapas de cada recipiente de filtración, y prender la bomba para hacer vacío.
- Volcar rápidamente las muestras para evitar que el carbón quede en el vaso original.
- Enjuagar las muestras y los recipientes de filtración con  $\text{NaNO}_3$  de lavado (máximo 25 mL)  
En el último enjuague, secar las columnas pero no demasiado para no introducir contaminación del ambiente de trabajo a la columna y evitar secar el carbón activado.
- Colocar nuevamente lana de cerámica sobre el carbón activado.

*Nota 7: Las columnas con lana de cerámica utilizada pueden limpiarse tal cual en el tubo de combustión, o en mufla a 1000 °C previo al uso, debiendo retirar el carbón activado anterior.*

11.5. Una vez realizada la adsorción por cualquiera de los métodos propuestos seguir las instrucciones en el INE 73

## 12. ANÁLISIS DE DATOS

12.1. **Método de absorción por columna:** el equipo reporta un valor absoluto de  $\text{Cl}^-$  por cada columna analizada. Cargar estos datos en la planilla de cálculo. El valor de AOX, en  $\mu\text{g/L}$  se calcula de la siguiente forma:

$$\text{AOX } (\mu\text{g/L}) = \frac{(\mu\text{g Cl}^- \text{ columna 1} + \mu\text{g Cl}^- \text{ columna 2}) \times 1000 \times \text{FD}}{\text{V muestra adsorbida (mL)}}$$

donde:

V muestra adsorbida = 50 mL (adsorción realizada con módulo AP 2P)

FD: corresponde al V final, g (incluyendo agregado de solución stock de  $\text{NaNO}_3$  y  $\text{HNO}_3$ ) / toma de muestra, g

*Nota 8: Tratar el blanco como una muestra. En caso que amerite, se corrige el valor absoluto de  $\text{Cl}^-$  de la muestra con el valor absoluto de  $\text{Cl}^-$  del blanco. Lo que puede ser cargado directamente en el software (measuring sample data).*

## 12.2. Método de adsorción por batch:

$$\text{AOX } (\mu\text{g/L}) = \frac{\mu\text{g Cl}^- \text{ columna} \times 1000 \times \text{FD}}{V \text{ muestra (mL)}}$$

donde:

FD corresponde al V final, g (incluyendo agregado de solución stock de  $\text{NaNO}_3$  y  $\text{HNO}_3$ ) / toma de muestra, g

## 13. CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO

### Controles del equipo utilizado para la determinación:

- 13.1. Empty sample: se trata una posición vacía del autosampler como una muestra. El contenido absoluto de cloruro no deberá superar los 0,2  $\mu\text{g}$ .
- 13.2. Cell test: Agregar 20  $\mu\text{L}$  de  $\text{HCl}$  0,01N directamente a la celda coulombimétrica. El contenido absoluto de cloruro debe ser de 7,10  $\mu\text{g Cl} \pm 5\%$  (6,74 – 7,46  $\mu\text{g Cl}$ )
- 13.3. Oven test: Fortificar una columna de cuarzo (de 18 x 10 mm) con lana de cerámica con 50  $\mu\text{L}$  de  $\text{HCl}$  0,01 N y tratarla como una muestra. El contenido de cloruro absoluto debe ser de 17,75  $\mu\text{g Cl} \pm 5\%$  (16,86 – 18,64  $\mu\text{g Cl}$ )

### Controles analíticos:

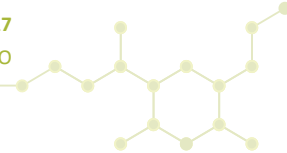
- 13.4. **Control de exactitud:** Analizar en cada corrida una solución control preparada según 10.2. El porcentaje de recuperación debe estar en el rango de 90-110 %; en caso de no cumplirse, se evaluará la repetición del análisis. Los porcentajes de recuperación se registran en un gráfico de control con límites de control fijos en 90 y 110 %.
- 13.5. **Control de precisión:** Analizar un duplicado cada 5 muestras en el caso de muestras de aguas naturales, mínimo un duplicado por serie de muestras. Los efluentes industriales se analizan todos por duplicado. Se acepta hasta un 20 % de dispersión, expresada como rango normalizado de duplicados. En el caso de trabajar con diluciones distintas se acepta el promedio de ambas siempre y cuando la dispersión sea menor que 10 %, de lo contrario repetir el análisis con la mayor dilución.
- 13.6. **Control de blancos:** En cada corrida, analizar al menos un blanco de reactivos (8.15). Se aceptan los blancos si la concentración de AOX en los mismos es inferior a 30  $\mu\text{g/L}$  (para un volumen de muestra de 100 mL). En caso que amerite, se podrá restar el aporte del blanco a las muestras analizadas (en particular, cuando se realizan diluciones de las muestras, considerando el aporte del agua desionizada utilizada para diluir). Los valores de los blancos se registran en un gráfico de control de blancos.
- 13.7. **Control del carbón activado (para el método de adsorción en columna):** en cada corrida, analizar al menos una columna de cuarzo con carbón activado para evaluar su aporte. En caso que amerite, se podrá restar el aporte de la misma para obtener el resultado de AOX en la muestra/control.
- 13.8. **Chequeo de adsorción:** Cuando se realice adsorción por método de columna, se debe calcular la eficacia de la adsorción (EA), según la siguiente ecuación:

$$\% \text{ EA} = \frac{(\mu\text{g Cl}^-_{\text{columna 2 muestra}} - \mu\text{g Cl}^-_{\text{columna 2 blanco}}) \times 100}{[(\mu\text{g Cl}^-_{\text{col 1 muestra}} - \mu\text{g Cl}^-_{\text{col 1 blanco}}) + (\mu\text{g Cl}^-_{\text{col 2 muestra}} - \mu\text{g Cl}^-_{\text{col 2 blanco}})]}$$

El % EA deberá ser menor o igual al 25 % para aceptar el análisis; de lo contrario evaluar la repetición del análisis con una dilución mayor.

- 13.9. En casos de matrices complejas o que el análisis presente anomalías, es posible analizar la muestra fortificada y evaluar el porcentaje de recuperación de la adición. Para la adición se utilizara la misma solución utilizada para 13.4
- 13.10. En el caso de análisis de aguas, fortificar al menos una muestra por batch (mínimo 1 cada 10), de manera de asegurar el límite de cuantificación.





## 14. BIBLIOGRAFÍA

- 14.1. Método ISO 9562:2004. Determinación de compuestos halogenados adsorbibles (AOX).
- 14.2. Manual de Instrucciones de operaciones multi X 2000. IDC Analytic System. Analytic Jena.
- 14.3. Manual de Instrucciones de operaciones AP 2P. Analytic System. Analytic Jena.
- 14.4. Manual de Instrucciones de operaciones DF 3U. Analytic System. Analytic Jena
- 14.5. EPA 1650 Revision C, 1997. Adsorbable Organic Halides by Adsorption and Coulometric Titration.