



Análisis de compuestos orgánicos volátiles en el aire de los lugares de trabajo. Desarrollo de una nueva herramienta analítica para la mejora de la calidad de los resultados

Póster. XII Congreso Nacional de Seguridad y Salud en el Trabajo. Valencia 20-23 de noviembre de 2001.

J. F. López Arbeloa
M. Adrián Rojo
Centro Nacional de Verificación de Maquinaria - INSHT
jlopezar@mtas.es

Objetivo

Validación de un nuevo procedimiento de calibración aplicable a procedimientos de análisis de Compuestos Orgánicos Volátiles en el aire de los lugares de trabajo, basados en toma de muestra en tubo adsorbente y recuperación de los analitos mediante desorción con disolvente.

El propósito de esta nueva metodología de calibración química es minimizar las fuentes de error asociadas con la aplicación de un método de análisis de esa naturaleza por parte del analista, y en definitiva mejorar la Calidad de los resultados que se obtengan. Para ello, el procedimiento que se ha desarrollado se basa en dos aspectos fundamentales:

- Control global por Gravimetría de los procesos de preparación de patrones de calibración así como, tratamiento de las muestras reales, frente al procedimiento clásico basado en medidas únicamente Volumétricas.
- Preparar los patrones de calibración además de en el disolvente de desorción, en el propio adsorbente, más representativos por englobar parcialmente el proceso de preparación de muestra y por incluir la Eficacia de Desorción.

En las paginas siguientes se encuentran esquematizadas, mediante unas series de imágenes, los procesos de preparación de los patrones y tratamiento de las muestras, aplicadas al método de análisis más representativo, como es la determinación de vapores de disolventes industriales, que incluye toma de muestra en tubo de carbón activo y el uso total o parcial de sulfuro de carbono (S2C) como disolvente de desorción [1].

Parte experimental

El proceso de validación se ha desarrollado en las siguientes etapas:

1. Preparación de una calibración de Benceno, Tolueno, m-Xileno y Tricloroetileno en S2C conteniendo n-Propilbenceno como patrón interno en concentración de 1 µl/ml preparado por volumetría. Se han preparado cinco niveles de concentración a partir de cinco diferentes disoluciones iniciales (una por cada nivel de concentración) de los analitos anteriores preparadas por gravimetría y del mismo orden de concentración. Por cada nivel de concentración de calibración se han preparado diez patrones hasta completar un total de cincuenta. Al día siguiente se repitió la misma calibración de forma completa es decir, repitiendo la preparación de las cinco disoluciones iniciales. En la Figura 1 se muestra el resultado global considerando conjuntamente las calibraciones de ambos días.
2. Repetición de la experiencia anterior (solo lo correspondiente a un día) pero controlando también por gravimetría el patrón interno. Para ello, de la misma manera que los analitos, se han preparado cinco disoluciones iniciales de patrón interno del mismo orden de concentración



utilizando cada una de ellas por cada nivel de concentración de calibración. Los resultados se muestran en la Figura 2.

3. Preparación para los mismos compuestos de dos calibraciones en S2C y en carbón activo/S2C. Para cada calibración se han preparado dos disoluciones iniciales de los analitos de diferentes concentraciones. De cada una de ellas se han obtenido cinco patrones de calibración de diferentes concentraciones, de manera que los respectivos intervalos de concentración se complementan parcialmente. Para cada clase de calibración, se han utilizado de forma independiente dos disoluciones iniciales de patrones interno. La primera contenía n-propilbenceno y n-Nonano en S2C, mientras que la segunda se trataba de una solución de Etilbenceno en S2C. En la Figura 3 y en la figura 4 se muestra los resultados obtenidos para los patrones en S2C y en carbón respectivamente considerando n-propilbenceno como patrón interno, que fueron utilizadas para cuantificar las muestras reales correspondientes al envío 14 del PICC-VO [2].

Como confirmación de la validez de este procedimiento de preparación de patrones de calibración, en la Figura 5 y en la Figura 6 se muestra los resultados obtenidos para 2-Etoxietanol y Acetato de 2-etoxietilo en dos series de calibraciones preparadas en el disolvente de desorción [5%(v/v) de 2-butanol en S2C] y en carbón activo a partir de disoluciones iniciales de los analitos en S2C (figura 5) y en metanol (figura 6).

Mientras que las calibraciones para ambos compuestos en el disolvente son comparables e independientes del disolvente utilizado en la preparación de las soluciones stock, las calibraciones en carbón son para ambos analitos manifiestamente diferentes, no solo por la pérdida de linealidad (véase valores de los coeficientes de regresión), sino también por un cambio significativo en las pendientes de las rectas de calibración, de forma que la Eficacias de Desorción medias ponderadas en los intervalos de concentración ensayados, obtenidas para el 2-etoxietanol son 68%, para los patrones preparados a partir de la disolución en S2C, y 132% para los preparados con la disolución en metanol, mientras que para el acetato los valores son 100% y 59% respectivamente.

Estos cambios se explican por un proceso de transesterificación entre el metanol y el acetato de 2-etoxietilo catalizado por el carbón, que da lugar a la formación de 2-etoxietanol y acetato de metilo (confirmado en el análisis cromatográfico).

Las determinaciones gravimétricas se han realizado en una balanza analítica Mettler Toledo MT5 y los análisis se han realizado en un cromatógrafo de gases Hewlett-Packard 6890^a equipado con un inyector automático 7673^a y estación de trabajo HPChem.

Conclusiones

- El control gravimétrico en la preparación de los patrones de calibración garantiza la Trazabilidad de las concentraciones de los analitos en los mismos.
- El control gravimétrico en la preparación de las muestras reales asegura la Trazabilidad de los resultados cuantitativos obtenidos.
- Las características operativas de este nuevo procedimiento de preparación de patrones de calibración y muestras, avalan que las trazabilidades anteriormente indicadas se aseguren de forma individual para cada patrón de calibración y muestra.
- La preparación de la calibración en el propio adsorbente representa, frente al procedimiento clásico de calibración en el disolvente de desorción, una mejora considerable por incluir el proceso de preparación de muestra y englobar la corrección con la Eficacia de Desorción.
- La comparación de ambas clases de calibraciones permite caracterizar globalmente, no solo desde el punto de vista cuantitativo, la Eficacia de Desorción de los analitos.
- El control gravimétrico del disolvente de desorción durante el proceso de preparación de las muestras reales, garantiza que para cada una de ellas se logra, al menos como consecuencia de la manipulación por parte del analista, la Eficacia de Desorción característica de los diferentes analitos. Lógicamente, ello avala la idoneidad de la interpolación de los resultados cromatográficos en la recta de calibración que incluye ese parámetro analítico.
- La utilización simultánea de diferentes patrones internos en la preparación de las muestras reales proporciona una metodología individualizada de detección de errores, al comparar las concentraciones obtenidas para los patrones complementarios con sus respectivas concentraciones verdaderas.

- Los resultados obtenidos en diferentes Programas de Control de Calidad Externos aplicando esta novedosa metodología de calibración constituyen un aval fundamentado referente a la eficacia de este procedimiento.

Bibliografía

1. Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo. Métodos de Toma de Muestra y Análisis. Determinación de Vapores Orgánicos en Aire. Método de adsorción en carbón activo/Cromatografía de gases. MTA/MA-032/A98.
2. Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo. Programa Interlaboratorios de Control de Calidad.

Figura 1

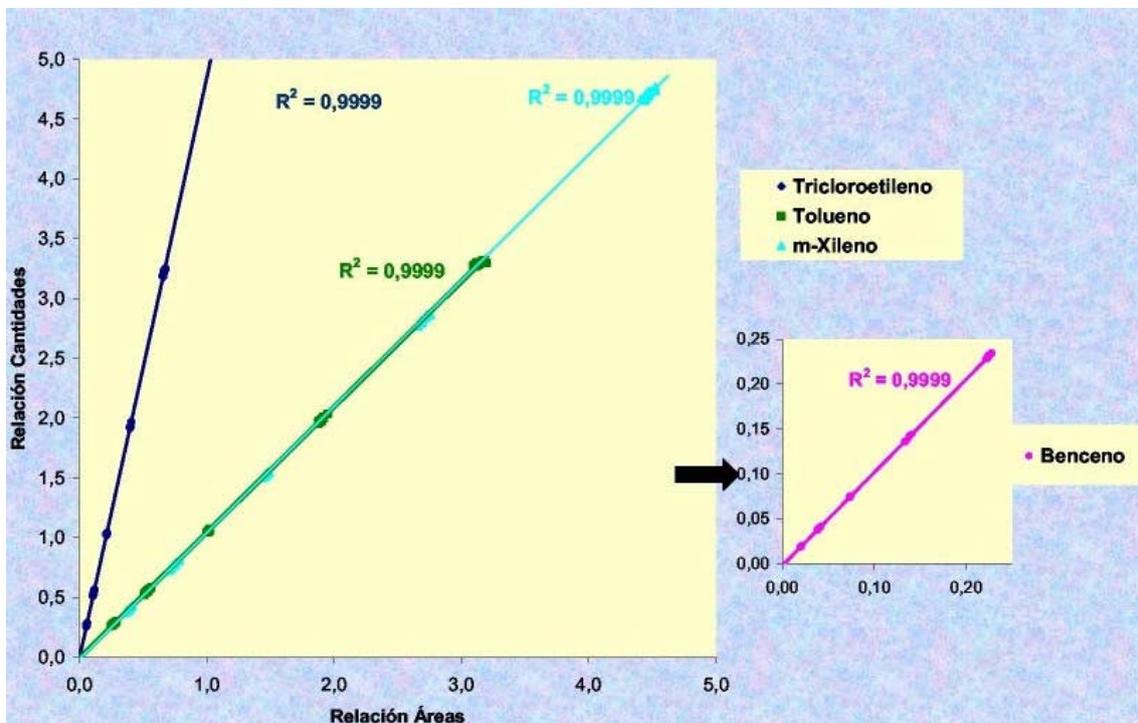
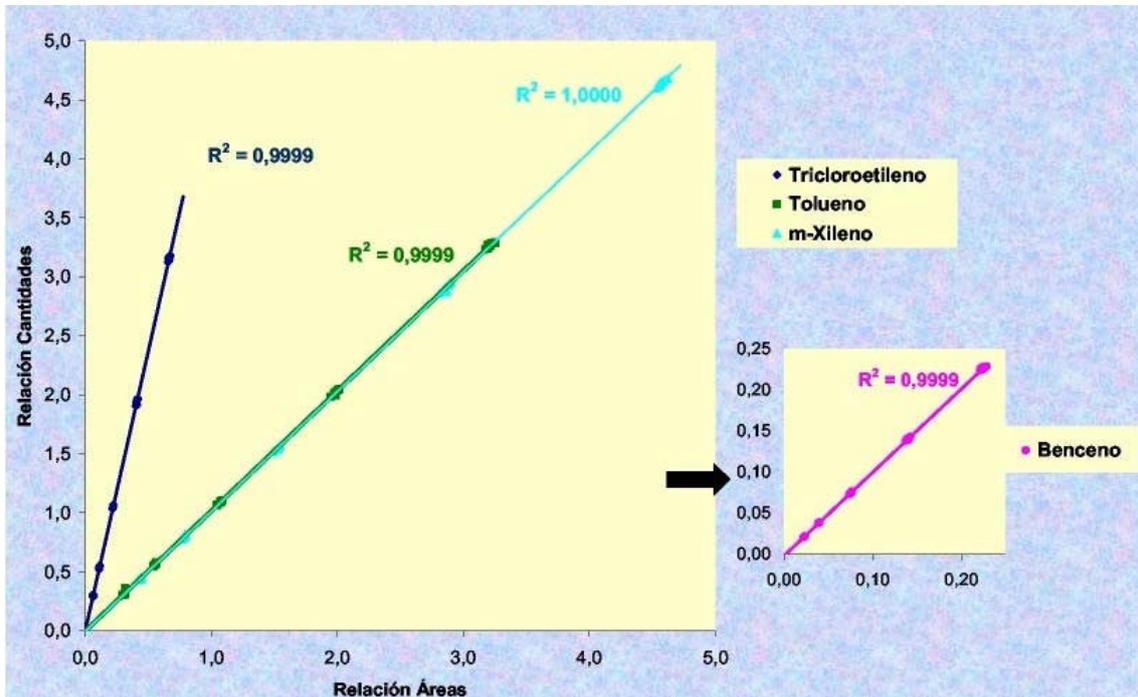




Figura 2



(c) INSHT

Figura 3

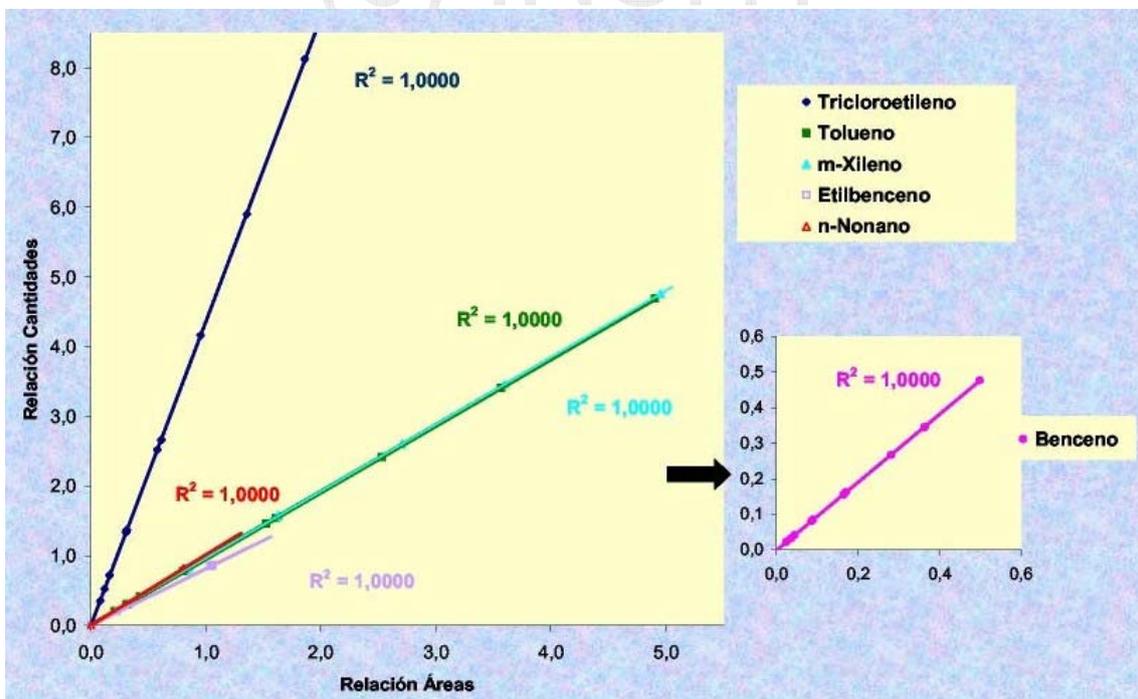




Figura 4

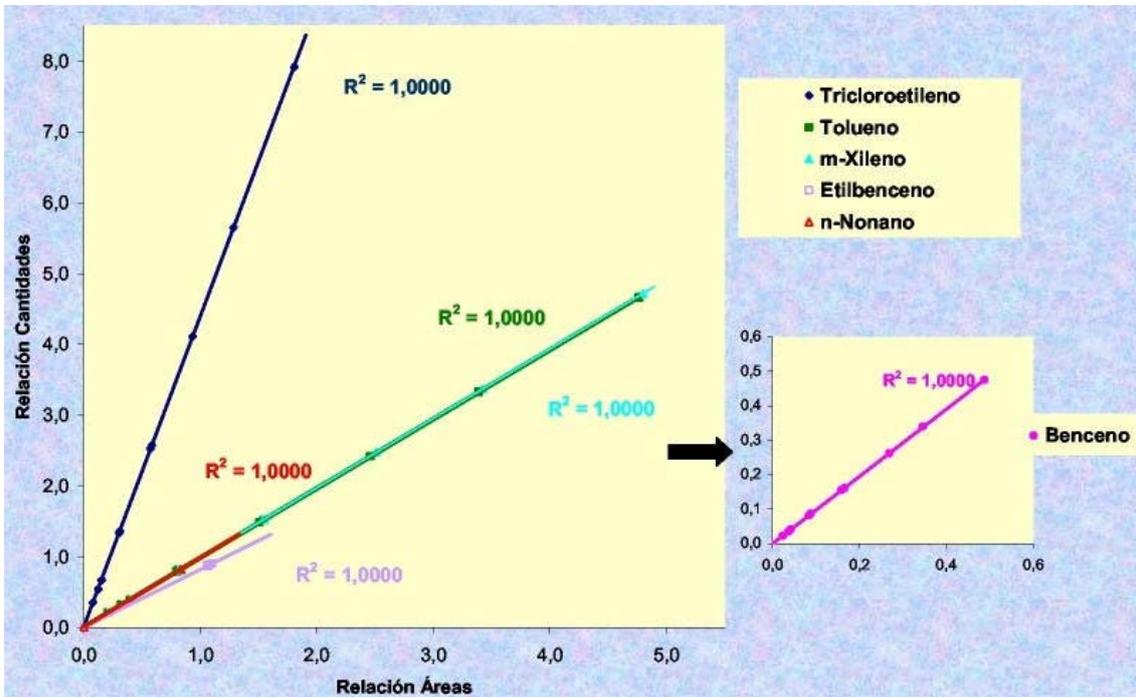


Figura 5

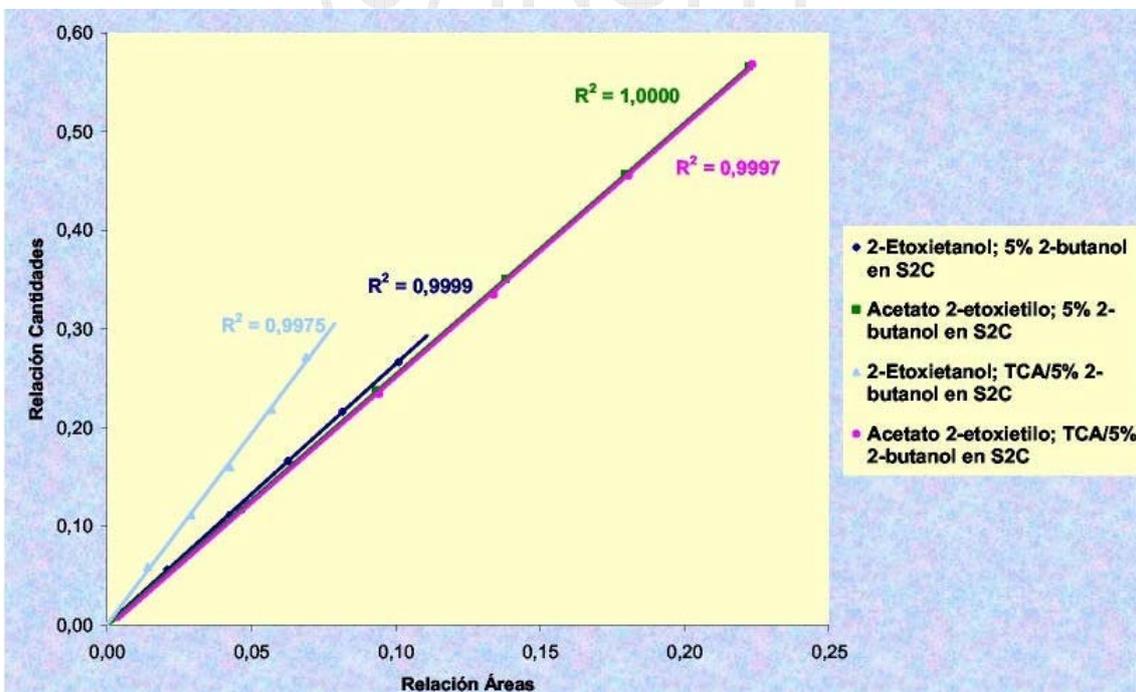
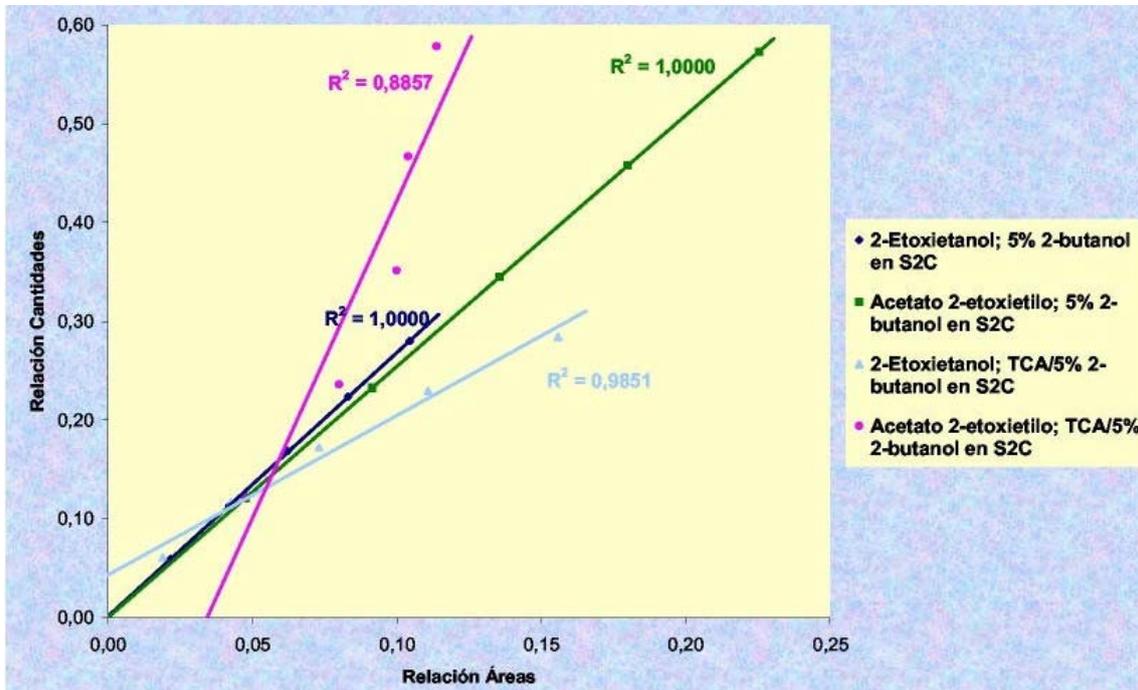




Figura 6



(c) INSHT