



Influencia de la humedad en la recuperación de compuestos orgánicos volátiles del carbón activo

Póster: XXIX Reunión Científica del Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines. Alcalá de Henares, 12-14 de julio de 2000.

López Arbeloa, J.F. y Rojo, A
Centro Nacional de Verificación de Maquinaria. INSHT
E-mail: areacont@mtas.es

Introducción

El procedimiento general de análisis de Compuestos Orgánicos Volátiles (COV) en el aire de los lugares de trabajo, incluye toma de muestra en tubo de carbón activo, el uso total o parcial de sulfuro de carbono como disolvente de desorción y análisis por cromatografía de gases ⁽¹⁾.

Desde el punto de vista estrictamente de la determinación analítica en el laboratorio, la principal fuente de error de este procedimiento general de análisis es la Eficacia de Desorción de los diferentes COVs del carbón activo. Este parámetro analítico depende, entre otros factores, de la naturaleza química y concentración de los COVs, del tipo y lote de carbón utilizado, así como, de la cantidad de agua retenida en el carbón durante el muestreo de ambientes de alta humedad relativa.

En un trabajo previo ⁽²⁾, se validó un nuevo procedimiento universal de desorción que incluía el uso simultáneo o por separado de sulfuro de carbono y disolución de 5% (VN) de 2-butanol en sulfuro de carbono, apto para un amplio espectro de COVs en unos intervalos de concentración del orden a sus respectivos Valores Límite.

En un trabajo posterior ⁽³⁾, se comprobó que la influencia de la naturaleza del carbón activo en la eficacia de desorción de los diferentes COVs, quedaba minimizada con la novedosa metodología de desorción anteriormente descrita.

En este trabajo, se ha estudiado el efecto de la humedad en la recuperación de los COVs. La parte experimental se ha realizado con una mezcla heterogénea de compuestos que incluye: n-nonano, tolueno, tricloroetileno, acetato de n-butilo, isopropanol y 1-metoxi-2-propanol. Las eficacias de desorción se han calculado de acuerdo al procedimiento propuesto en el trabajo original ⁽²⁾ utilizando un carbón activo comercial al que se le ha añadido diferentes cantidades de agua.

Objetivo

Estudio de la influencia del agua retenida en el carbón activo, durante el muestreo inherente a la evaluación de la exposición profesional a Compuestos Orgánicos Volátiles (COVs) en lugares de trabajo de alta humedad, en la recuperación de estos compuestos mediante desorción con disolvente.

El estudio se ha realizado con el procedimiento para la recuperación de Compuestos orgánicos volátiles del carbón activo validado anteriormente ⁽¹⁾, que incluye el uso alternativo de 1 ml de sulfuro de carbono (S₂C) o de 1 ml de disolución de 5% (V/V) de 2-butanol en sulfuro de carbono como disolventes de desorción o bien el uso simultáneo de ambos disolventes, adicionando a las muestras previamente desorbidas con 1 ml de sulfuro de carbono 50 µl de 2-butanol, iniciando de nuevo el proceso de desorción, es decir, esperando de nuevo un mínimo de 30 minutos.

Esta metodología de desorción ha sido adoptada como procedimiento general de análisis de Compuestos Orgánicos Volátiles en el aire de los lugares de trabajo ⁽²⁾.



Metodología

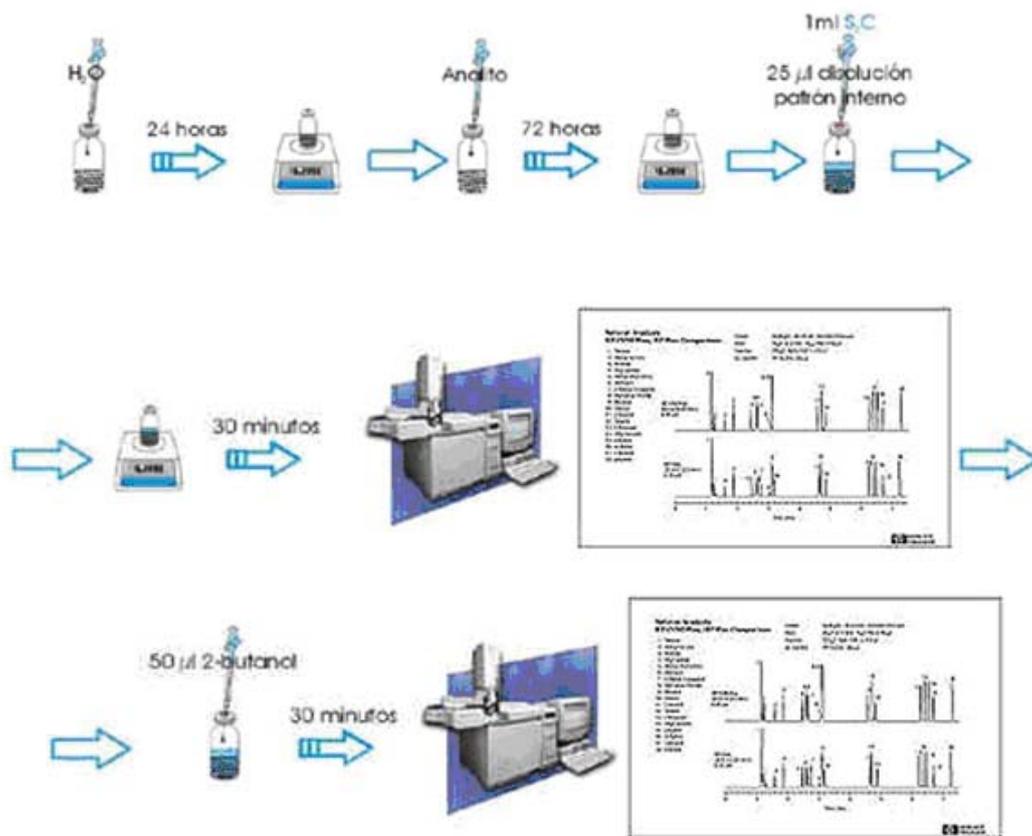
El efecto de la humedad en la recuperación de los COVs del carbón activo se ha comprobado caracterizando la Eficacia de Desorción (ED) de algunos COVs representativos en diferentes series de carbón activo conteniendo distintas cantidades de agua. El cálculo se ha realizado según el nuevo método propuesto en el estudio anterior ⁽¹⁾, basado en la comparación de las calibraciones obtenidas a partir de dos series de patrones preparados en el disolvente de desorción y en carbón activo.

Así mismo, se ha caracterizado para los mismos analitos el Coeficiente de Distribución de estos entre el mismo volumen de disolvente utilizado en la desorción del carbón y las mismas cantidades de agua adicionadas a las muestras de carbón activo. El Coeficiente de Distribución se ha calculado de forma análoga a la ED.

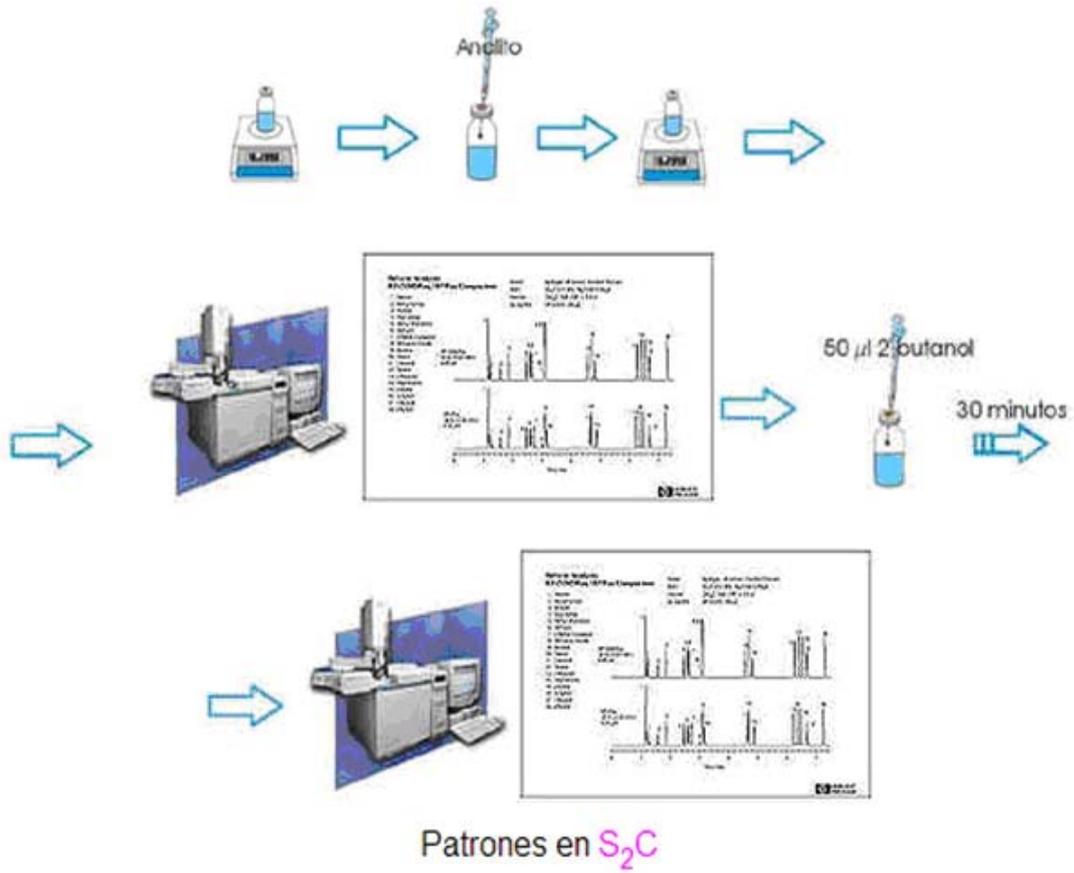
Respecto al trabajo original ⁽¹⁾, solo se ha utilizado la desorción en dos fases (S₂C y posterior adición de 2-butanol), como consecuencia de que la segunda etapa conduce a recuperaciones idénticas al uso directo de disolución de 2-butanol en S₂C.

Parte experimental

- ✓ Carbón activo SKC lote 2000.
- ✓ Analitos: Isopropanol, Tricloroetileno, Tolueno, Acetato de n-butilo, n-Nonano y 1-metoxi-2-propanol.
- ✓ Patrón Interno: o-Xileno.
- ✓ Intervalo de concentraciones fijados en función de los respectivos Valores Límite de Exposición Profesional de los analitos ensayados.
- ✓ Preparación patrones de calibración: Balanza analítica Mettler Toledo MT5
- ✓ Análisis en Cromatógrafo de gases Hewlett-Packard 6890A con inyector de división de flujo, doble detector de ionización de llama y equipado con dos columnas capilares de sílice fundida de metil silicona y polietilenglicol.
- ✓ Inyección de muestras con muestreador automático Hewlett-Packard 7673A.
- ✓ Sistema de tratamientos de datos Hewlett-Packard HP-Chem.



Patrones en carbón activo/S₂C





Resultados

Tabla 1.- Resultados patrones S₂C.

Coeficiente de distribución

Compuesto	2 µl agua	5 µl agua	10 µl agua	20 µl agua	30 µl agua	40 µl agua
Isopropanol	0.95117	0.89755	0.81470	0.70967	0.61330	0.48265
Ticloroetileno	0.99369	0.99534	0.99103	0.98900	0.98502	0.97855
Tolueno	0.99717	1.00287	1.00186	0.99667	0.99809	0.99444
Acetato n-butilo	0.99523	0.99929	0.99800	0.99629	0.99641	0.99255
n-Nonano	0.99734	1.01072	1.01058	0.99781	0.99969	0.99795
1-Metoxi-2-propanol	0.94840	0.88425	0.79361	0.67209	0.57681	0.44380

Coeficiente de correlación

Compuesto	2 µl agua	5 µl agua	10 µl agua	20 µl agua	30 µl agua	40 µl agua
Isopropanol	1.00000	1.00000	0.99999	1.00000	0.99998	0.99992
Ticloroetileno	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000
Tolueno	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000
Acetato n-butilo	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000
n-Nonano	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000
1-Metoxi-2-propanol	1.00000	1.00000	0.99999	1.00000	0.99996	0.99985

Tabla 2.- Resultados patrones S₂C+50 µl 2-Butanol

Coeficiente de distribución

Compuesto	2 µl agua	5 µl agua	10 µl agua	20 µl agua	30 µl agua	40 µl agua
Isopropanol	0.98293	0.96992	0.93343	0.87620	0.81560	0.71969
Ticloroetileno	0.99440	0.99848	0.99388	0.99090	0.98968	0.97883
Tolueno	0.99762	1.00424	1.00315	0.99705	0.99983	0.99490
Acetato n-butilo	0.99772	1.00236	1.00121	0.99714	0.99842	0.99352
n-Nonano	0.99910	1.01184	1.01148	0.99842	1.00081	0.99796
1-Metoxi-2-propanol	0.98262	0.95194	0.89862	0.81189	0.73591	0.61434



Coefficiente de correlación

Compuesto	2 µl agua	5 µl agua	10 µl agua	20 µl agua	30 µl agua	40 µl agua
Isopropanol	1.00000	0.99999	0.99999	1.00000	0.99999	0.99998
Ticloroetileno	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000
Tolueno	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000
Acetato n-butilo	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000
n-Nonano	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000
1-Metoxi-2-propanol	1.00000	1.00000	0.99999	1.00000	0.99999	0.99993

Tabla 3.- Resultados patrones TCA/S₂C

Eficacia de desorción*

Compuesto	0 µl agua	2 µl agua	5 µl agua	10 µl agua	20 µl agua	30 µl agua	40 µl agua
Isopropanol	0.91361	0.85142	0.79599	0.72652	0.63055	0.57835	0.53534
Ticloroetileno	1.03317	1.03060	1.03423	1.03303	1.03277	1.03008	1.03025
Tolueno	1.02900	1.02670	1.03134	1.03209	1.03057	1.02871	1.03011
Acetato n-butilo	1.04655	1.04247	1.04394	1.04120	1.04178	1.03891	1.03973
n-Nonano	1.06279	1.06096	1.06759	1.06801	1.07487	1.07266	1.07265
1-Metoxi-2-propanol	0.74357	0.69013	0.63573	0.57380	0.51026	0.47597	0.44614

Coefficiente de correlación

Compuesto	0 µl agua	2 µl agua	5 µl agua	10 µl agua	20 µl agua	30 µl agua	40 µl agua
Isopropanol	0.99969	0.99972	0.99940	0.99912	0.99854	0.99879	0.99877
Ticloroetileno	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000
Tolueno	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000
Acetato n-butilo	0.99999	0.99999	0.99999	0.99998	0.99998	0.99998	0.99997
N-Nonano	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000
1-Metoxi-2-propanol	0.99379	0.99544	0.99381	0.99290	0.99174	0.99368	0.99469



Tabla 4.- Resultados patrones tca/S₂C+50 µl 2-butanol

Eficacia de desorción*

Compuesto	0 µl agua	2 µl agua	5 µl agua	10 µl agua	20 µl agua	30 µl agua	40 µl agua
Isopropanol	1.00517	1.00049	0.98282	0.95363	0.90588	0.85234	0.80673
Ticloroetileno	1.03725	1.03506	1.03746	1.03747	1.03648	1.03393	1.03522
Tolueno	1.02930	1.02739	1.03158	1.03177	1.02965	1.02894	1.03168
Acetato n-butilo	1.05676	1.05505	1.05871	1.05562	1.05831	1.05792	1.06064
n-Nonano	1.06281	1.06195	1.06833	1.06514	1.07229	1.07117	1.07155
1-Metoxi-2-propanol	0.93451	0.92958	0.90031	0.86525	0.81449	0.75180	0.69622

Coefficiente de correlación

Compuesto	0 µl agua	2 µl agua	5 µl agua	10 µl agua	20 µl agua	30 µl agua	40 µl agua
Isopropanol	1.00000	1.00000	1.00000	0.99998	0.99995	0.99990	0.99989
Ticloroetileno	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000
Tolueno	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000
Acetato n-butilo	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000
N-Nonano	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000	0.99999
1-Metoxi-2-propanol	1.00000	0.99998	0.99993	0.99990	0.99984	0.99984	0.99989

* Eficacia de desorción relativa al o-Xileno

Conclusiones

- ✓ Los resultados obtenidos para los patrones en S₂C indican que lógicamente solo los analitos más polares se distribuyen entre ambos disolventes inmiscibles. Sin embargo, no se observa para estos analitos una pérdida significativa de linealidad al aumentar la cantidad de agua.
- ✓ La adición de 2-butanol mejora claramente el reparto de los analitos polares en el disolvente orgánico, pero sus coeficientes de distribución no alcanzan los valores deseados (100%).
- ✓ Los resultados de eficacia de desorción obtenidos en ambos disolventes de desorción, para los patrones de carbón adicionados con 40 µl de agua, respecto a los valores de coeficiente de distribución obtenidos en las mismas condiciones, indican que el carbón activo utilizado presenta una capacidad de retención de agua menor que esta cantidad.
- ✓ La eficacia de desorción de los compuestos apolares es independiente de la cantidad de agua adsorbida en el carbón.
- ✓ El estudio comparativo global de las eficacias de desorción frente a los coeficientes de distribución obtenido para los analitos más polares, explica que la disminución de la eficacia de desorción de estos compuestos, es consecuencia únicamente de la distribución de los mismos en el sistema disolvente orgánico/agua.



- ✓ El uso simultáneo o alternativo de sulfuro de carbono y/o disolución de 5% (V/V) de 2-butanol en S₂C como disolventes de desorción para la recuperación de COVs, ha sido validado para un amplio espectro de este tipo de compuestos⁽¹⁾, así como para los diferentes tipos y lotes de carbones comerciales⁽³⁾. Sin embargo, no ha dado lugar a la obtención de resultados totalmente satisfactorios para eliminar la interferencia que representa el agua adsorbida en la recuperación de COVs. Por ello, los próximos estudios experimentales se orientaran en la búsqueda de nuevos tipos de carbones activo u otras clases de carbones más hidrófobos, que además cumplan con las características analíticas anteriormente citadas.

1. LÓPEZ ARBELOA, J. F y ADRIÁN ROJO, M.
“Validación de un Nuevo Procedimiento para la Recuperación de Compuestos Orgánicos Volátiles del Carbón Activo.
XXVII Reunión Científica del Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines. Lugo 1998.
2. 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.
3. LÓPEZ ARBELOA, J. F y ADRIÁN ROJO, M.
Influencia de la Naturaleza del Carbón Activo en la Recuperación de Compuestos Orgánicos Volátiles.
9as Jornadas de Análisis Instrumental. Barcelona 1999.

(c) INSHT