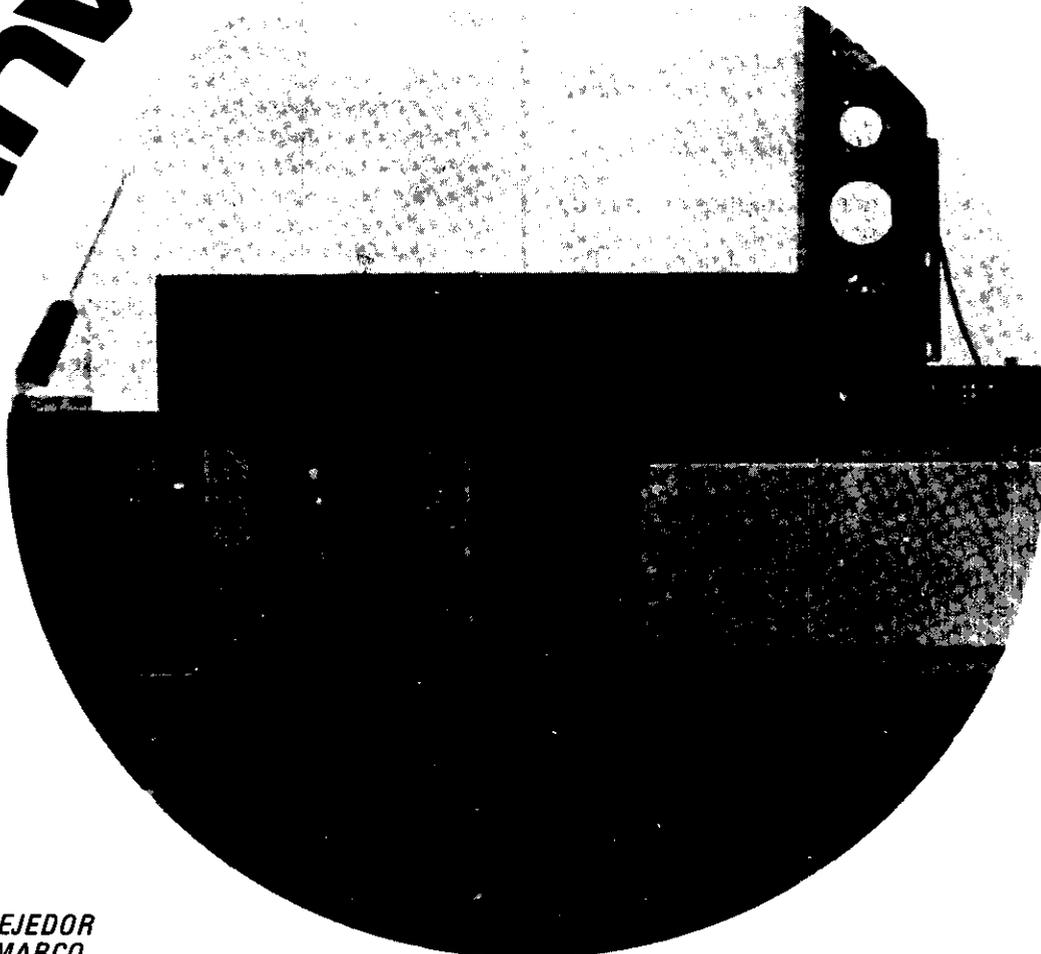


Investigación



JOSE N. TEJEDOR
ROSA M. MARCO

Departamento de Higiene Industrial. Instituto de Madrid. Servicio Social de Higiene y Seguridad del Trabajo.

ANÁLISIS DE SULFURO DE CARBONO ADSORBIDO EN CARBÓN ACTIVO MEDIANTE EL EMPLEO DE UN DETECTOR NO ESPECÍFICO DE COMPUESTOS SULFURADOS

INTRODUCCION

Un método generalizado para el análisis de vapores de disolventes orgánicos en atmósferas industriales, es el descrito por Otterson y Guy (1), consistente en la adsorción de compuestos orgánicos sobre carbón activo y posterior desorción con un disolvente (2-4), único método eficaz cuando se quiere realizar un análisis completo de los compuestos presentes en el aire (5). Entre las ventajas que presenta este método, se pueden citar:

— La capacidad del carbón activo para adsorber vapores orgánicos con preferencia sobre la hume-

dad del ambiente.

- El hecho de que sea eléctricamente no polar.
- La sencillez del equipo que se requiere.
- La capacidad para manejar, transportar y almacenar los tubos de carbón activo.
- La posibilidad de analizar los tubos al cabo de cierto tiempo.
- La posibilidad de efectuar más de un análisis cromatográfico de la misma muestra.

Recientemente han sido publicados dos trabajos (6,7) sobre análisis de sulfuro de carbono, que básicamente consiste en la adsorción sobre carbón activo, desorción con benceno y posterior análisis por cromatografía de gases, utilizando un detector fotométrico de llama. En estos trabajos se estudia el llamado "breakthrough volume" en distintas condiciones de trabajo, el rendimiento de desorción utilizando benceno y tolueno como disolventes y problemas relativos

a la presencia de agua y SH_2 en la toma de muestra, así como en el transporte y almacenaje de los tubos.

Como continuación a estos trabajos sobre análisis de S_2C en aire, creemos que es interesante presentar los resultados obtenidos en nuestro laboratorio utilizando un detector de captura electrónica.

En relación con este hecho pueden encontrarse en la bibliografía diversos trabajos. Herber y Poppe (8) prefieren utilizar un detector de captura electrónica en el análisis de S_2C , ya que se consigue un límite de detección más bajo y una mejor precisión que con un detector fotométrico de llama.

Pensamos que nuestra experiencia puede resultar útil para todos aquellos laboratorios que no dispongan de un detector específico para compuestos sulfurados.

EXPERIMENTAL

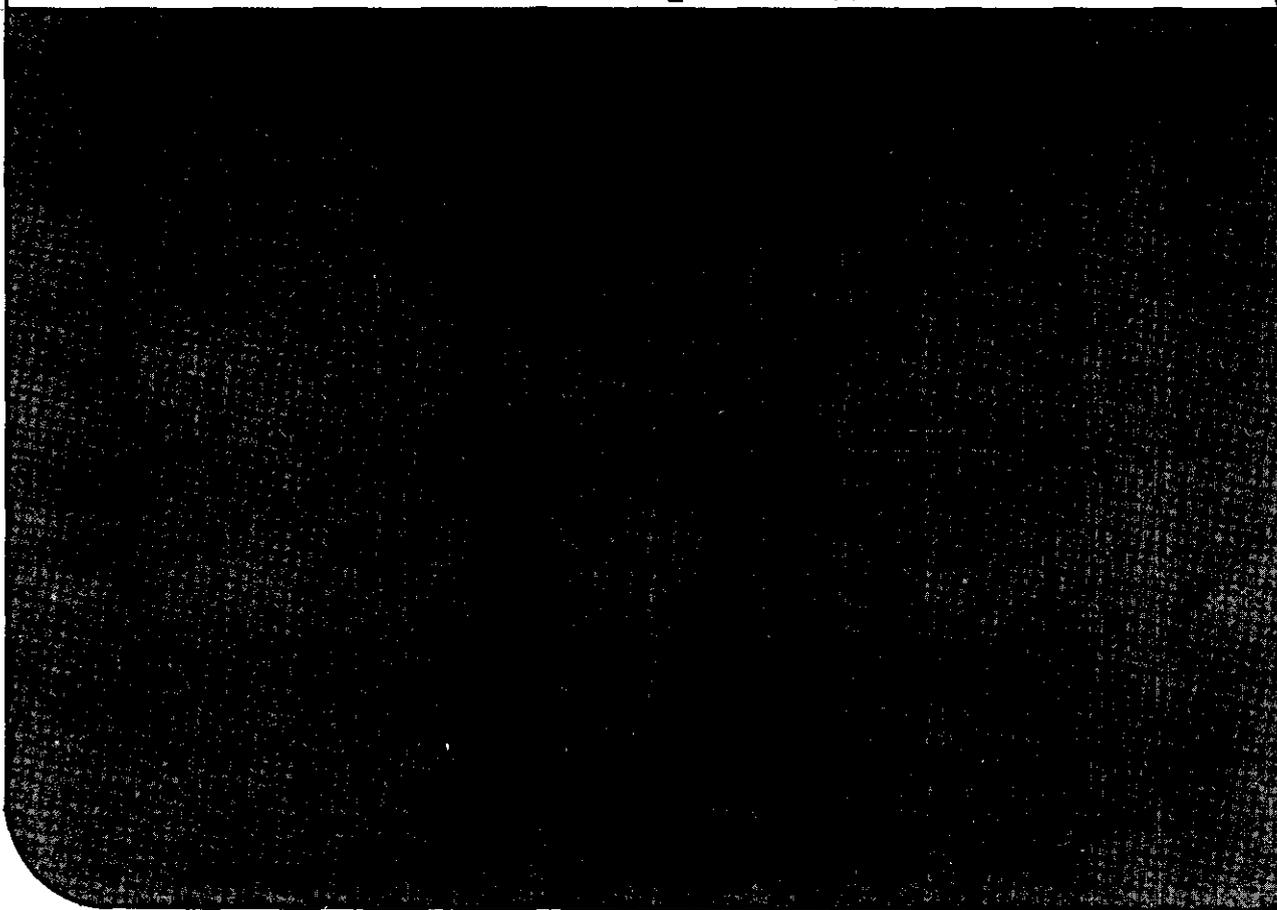
En el trabajo se utilizó un cromatógrafo de gases Perkin-Elmer modelo 900, dotado de un detector de captura electrónica con fuente de Ni^{63} un registrador Hitachi modelo 56 y un integrador Digital Sip-1. La columna utilizada de acero inoxidable (2 m. x 1/8") de Apiezon L al 15% sobre Chromosorb P-NAW 80/100 mallas se acondicionó a 275° C. durante 24 horas.

Se prepararon disoluciones patrones de S_2C en un margen de concentraciones entre 0,063 y 2,52 mgr. de S_2C en 10 ml. de benceno (6), lo que aproximadamente corresponde a niveles de S_2C en aire comprendido entre la décima parte y el doble de TLV (9) suponiendo que la cantidad de aire muestreada fuese 10 litros. Como patrón interno se utilizó una impureza de benceno.

Las condiciones experimentales, polarización y temperatura del detector se establecieron de tal manera que la relación entre las áreas de la impureza y del S_2C correspondiente a la misma concentración del TLV fuese lo más próxima posible a la unidad, con el fin de evitar al máximo los errores en el análisis cuantitativo en dicha zona (figura 1). La temperatura del detector es uno de los factores que más afectan la respuesta de un compuesto cuando se trabaja con este detector, ya que determina que la molécula capte electrones según un proceso disociativo o no (10), lo cual puede afectar la respuesta del compuesto por un factor de 1000.

Las condiciones elegidas fueron 200°C. y un voltaje de polarización de -5 voltios. Otras condiciones fueron: temperatura del inyector 150° C, temperatura del manifold, 200°C., temperatura de la columna 130°C. Como gas portador se utilizó N_2 con un caudal de 80 ml/min. medidos a temperatura ambiente.

Fig.1 - CROMATOGRAMA de S_2C (38ng) en BENCENO



En la figura 2 se puede ver la curva de calibrado obtenida representando la relación de las áreas entre el S_2C y el patrón interno y la concentración de S_2C en benceno en μ l por 10 ml. Como puede verse en dicha figura, la representación no es del todo recta, pero sí lo suficiente como para permitir la interpolación dentro del intervalo de concentraciones estudiadas.

El límite de detección en las condiciones de trabajo utilizados (rango 100, inyección 0,5 μ l, además de las condiciones anteriormente citadas) es inferior a 1 microgramo de S_2C por litro de aire. Naturalmente este límite de detección puede mejorarse desorbiendo los tubos de carbón activo con menos benceno, inyectando más cantidad en la columna o cambiando las condi-

ciones de temperatura y polarización del detector.

CONCLUSIONES

Se ha puesto a punto un método para determinar la cantidad de S_2C adsorbido sobre carbón activo mediante análisis cromatográfico utilizando un detector de captura de electrones. Las ventajas de este detector sobre el fotométrico pueden resumirse en un mejor límite de detección, mayor precisión, más rápida estabilización y menor ruido. El margen de concentraciones estudiado es de 0,0063 a 0,252 mgr/litro de aire, entre los cuales la respuesta es lo suficientemente lineal como para permitir un análisis cuantitativo.

Fig.2-CURVA de CALIBRADO de S_2C en BENCENO



BIBLIOGRAFIA

- 1) E.J.O. OTTERSON, C.U. GUY, *Transactions of the Twenty-sixth Annual Meeting of the American Conference of Governmental Industrial Hygienists, Philadelphia, Pa; pag. 37. American Conference of Industrial Hygienists, Cincinnati, Ohio (1964).*
- 2) L.D. WHITE Y COLABORADORES: *Amer. Ind. Hig. Assoc. J. 31,225, (1970).*
- 3) CH. V. COOPER, L.D. WHITE, *Ibid. 32,383, (1971).*
- 4) K. GROB. G. GROB. *J. CHROMATOG. 62,1, (1971).*
- 5) F. BRUNER P. CICCIOLO F. DI NARDO, *J. CHROMATOG. 99,661, (1974).*
- 6) C.S. NCCAMMON JR., P.M. QUINN, R.E. KUPEL, *Am. Ind. Hyg. Assoc. J. 36,618, (1975).*
- 7) P. DELGADO: *Métodos analíticos: sulfuro de carbono en aire. ITS/HI-3010 76.*
- 8) R.F.M. HERBER, H. POPPE: *J. Chromatog. 118,23, (1976).*
- 9) *THRESHOLD LIMIT VALUES FOR CHEMICAL SUBSTANCES IN WORKROOM AIR adopted by A.C.G.I.H. for 1975 American Conference of Governmental Industrial Hygienists.*
- 10) C.F. POOLE, *J. Chromatog. 118,280, (1976).*