

P. Marín (1); C. Prado (2); J. Alcaraz (2); J.F. Periago (1,2)

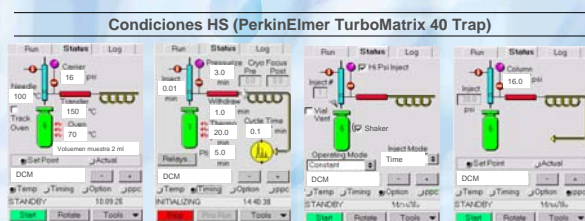
(1) Departamento de Ciencias Socio-sanitarias. Universidad de Murcia

(2) Instituto de Seguridad y Salud Laboral de la Región de Murcia

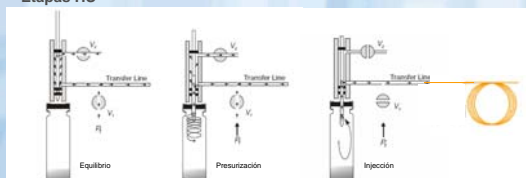
Introducción y objetivos

- El diclorometano (DCM) se utiliza principalmente como un disolvente, en eliminación de pinturas y barnices, en desengrasantes, y en aerosoles
- El DCM afecta al sistema nervioso central y produce irritación de las mucosas, y está clasificado como posible carcinógeno para humanos (Grupo 2B) [1]. Además tiene establecidas restricciones a la fabricación, comercialización o el uso
- El análisis de disolventes sin metabolizar en orina es muy útil para el control biológico de este tipo de compuestos en ambientes laborales [2]; el desarrollo de métodos analíticos que permitan la determinación de DCM sin metabolizar en muestras de orina resulta muy interesante ya que se considera un indicador de la exposición ocupacional con un valor límite biológico (VLB) establecido [3].
- El objetivo de este trabajo ha sido el desarrollo de un método para la determinación de DCM en orina mediante un muestreador automático del espacio de cabeza (HS) acoplado a un cromatógrafo de gases (GC), equipado con un detector de espectroscopía de masas (MS)

Experimental



Etapas HS



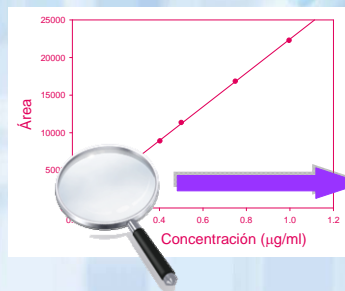
Condiciones GC-MS (PerkinElmer Clarus 600)

| | |
|------------------------------------|--|
| Programa horno | 35 °C durante 2 min, luego a 50 °C/min hasta 90 °C |
| Inyector Split Splitless | 200 °C, flujo Split : 20 ml/min |
| D-Swafer | 15 psig He |
| Columna | HP-5MS, 30 m x 0.25 mm, 250 µm |
| Temperatura fuente | 180 °C |
| Temperatura línea de transferencia | 200 °C |
| Scan | m/z 40 – 300 Da (0.35s / 0.05is) |
| SIR | (0.05d, 0.005ic) m/z 84 (1.30 – 2.00 min) |

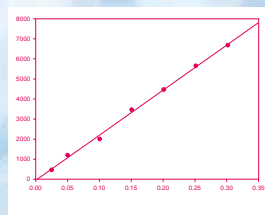


Resultados y discusión

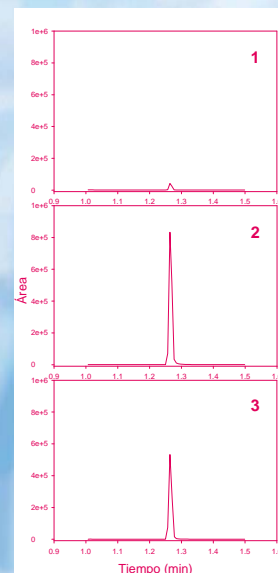
Curva de calibrado, linealidad en el intervalo de aplicación y límite de detección (LDD)



$$\text{Área} = \text{Concentración } (\mu\text{g/ml}) \times 22504.2 - 51.7893$$



| Coefficiente de Correlación | LDD (µg/ml) | Intervalo de aplicación (µg/ml) |
|-----------------------------|-------------|---------------------------------|
| 0.9999 | 0.017 | 0.05 - 1 |



Cromatogramas obtenidos de la determinación de DCM en orina con una concentración de (1) 0.1 VLB (0.03 µg/ml), (2) VLB (0.3 µg/ml) y (3) 2 VLB (0.6 µg/ml).

Precisión del método

Precisión mismo día (% DER), n = 6

| Concentración (µg/ml) | DER (%) |
|-----------------------|---------|
| 0.03 | 6.6 |
| 0.3 | 1.2 |
| 0.5 | 2.2 |

Precisión entre días (% DER), n = 6

| Concentración (µg/ml) | DER (%) |
|-----------------------|---------|
| 0.03 | 7.5 |
| 0.3 | 3.2 |
| 0.5 | 4.3 |

Sesgo relativo ($100 \times |\bar{x} - x_{ref}| / x_{ref}$)

| Concentración (µg/ml) | Sesgo relativo (%) |
|-----------------------|--------------------|
| 0.03 | 6.3 |
| 0.3 | 4.8 |
| 0.5 | 4.1 |

\bar{x} : Valor verdadero o aceptado
 \bar{x} : Valor medio de los resultados obtenidos para cada concentración

DER: Desviación estándar relativa

DER: Desviación estándar relativa

- Existe una relación lineal entre la cantidad de analito extraída y su concentración en la orina
- La desviación estándar relativa para cada nivel de concentración es < 10%
- El sesgo relativo para cada concentración y condición ensayada es < 10%
- Los límites de detección son lo suficientemente bajos como para cuantificar DCM en orina a niveles de exposición ocupacionales

El método desarrollado puede utilizarse para el control biológico rutinario, como complemento al control ambiental, para la evaluación de la exposición ocupacional a DCM

[1] International Agency for Research on Cancer (IARC). Monogr. Eval. Carcinog. Risks Hum. ; vol 71, Lyon, p.251.

[2] M. Imbriani, S. Ghittori. Int. Arch. Occup. Environ. Health 78 (2005) 1.

[3] Límites de exposición profesional para Agentes Químicos en España. 2011. Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo. INSHT