

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

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

(2) Departamento de Ciencias Sociosanitarias. Universidad de Murcia

Introducción

La utilización de la técnica de microextracción en fase sólida (SPME), aplicada al muestreo pasivo de compuestos orgánicos volátiles (VOC's) en aire, está demostrando ser muy útil para la evaluación de la exposición ambiental a este tipo de compuestos. El muestreador pasivo estudiado se basa en la difusión radial del contaminante hacia el adsorbente (1,2).

Objetivos

- Optimizar el método, anteriormente desarrollado [1,2], basado en la técnica de SPME como muestreador difusivo
- Estudiar su utilización para el muestreo ambiental de bajas concentraciones de tolueno
- Estudiar su aplicación para la determinación de tolueno ambiental en estaciones de servicio, comparando los resultados con los obtenidos mediante muestreadores de captación difusiva 3M

Experimental

Muestreadores pasivos por difusión



- 80 µm Carboxen/PDMS en soporte metálico
- Celda de difusión: cilindro de PE hidrofóbico, porosidad 7-12 µm, grosor de pared 1.7 mm, longitud 17.4 mm y cerrado en los extremos con material inerte.

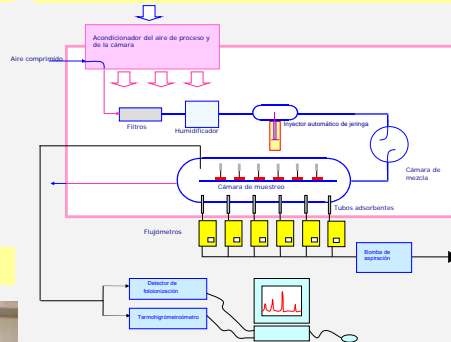
- Muestreador pasivo 3M-3500

Análisis cromatográfico

- Cromatógrafo HP 6890N, sin división de flujo, FID
- Desorción SPME a 280°C, 2 min.
- Columna: HP-5, 30 m x 0.32 mm, 0.25 µm
- Horno: 35 °C durante 2 min, 10 °C/min hasta 80 °C, mantenida 2 min.
- Gas portador Helio a 1.2 ml/min



Sistema de generación de atmósferas de concentraciones conocidas

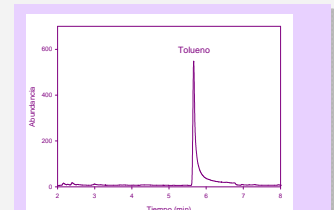


Estudio en estaciones de servicio

Se han tomado 11 muestras con cada muestreador, colocados simultáneamente, en distintas estaciones de servicio

Determinación de la velocidad de captación

- Concentración Tolueno: 2 - 38 mg/m³
- Tiempo de exposición: 15 - 60 min
- T: 20 °C ± 2 °C
- HR: 50 % ± 5%
- Concentración de la atmósfera comprobada por:
 - Muestreo activo con tubos de TD (Tenax)
 - Detector de fotoionización (PID) MiniRAE 2000



Cromatograma obtenido de una fibra expuesta durante 30 minutos a una concentración de 1.78 mg/m³

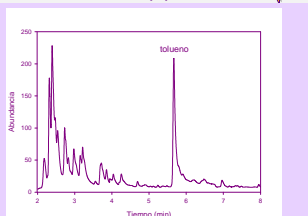
Resultados y discusión

Concentración (mg/m ³)	Tiempo (min)	U (mL/min)	Promedio	RSD (%)
1.99 ^a	60	2.05	2.05	4.8
		2.18	2.05	
		2.18	2.30	
9.66 ^a	30	2.00	2.17	3.3
		2.00	2.09	
		2.00	2.05	
21.78 ^a	30	2.17	2.26	6.5
		2.36	2.13	
		1.94	2.19	
21.99 ^a	30	2.32	2.42	5.0
		2.22	2.44	
		2.33	2.14	
19.24	15	2.21	2.15	3.0
		2.07	2.04	
		2.17	2.13	
19.00	60	2.22	2.28	4.2
		2.14	2.02	
		2.19	2.16	
36.02	15	2.11	2.00	2.6
		1.98	2.08	
		2.02	2.09	
38.02	30	1.98	2.28	6.3
		2.21	1.96	
		2.02	2.15	
38.01	30	2.06	2.25	3.8
		2.28	2.11	
		2.16	2.15	

Velocidades de captación, U (mL/min), obtenidas para las diferentes combinaciones de concentración de tolueno y tiempo de exposición.
RSD: Desviación estándar relativa (%)
^a Utilizando muestreadores con fibras de lotes distintos

- Velocidad de captación por difusión media, U = 2.14 mL / min
- Desviación estándar = 0.12
- Desviación estándar relativa, RSD (%) = 2.6 a 6.5%

RSD (%) = 0.3 a 10.7%



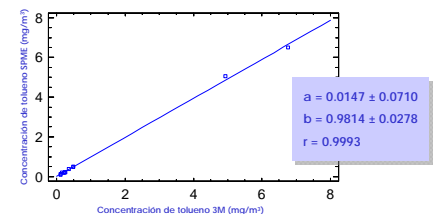
Cromatograma obtenido de una fibra expuesta durante 2 horas en una estación de servicio a una concentración de 0.19 mg/m³

Concentración (mg/m ³)	Tiempo (min)	Concentración medida (mg/m ³)	Promedio	RSD (%)
1.99 ^a	60	1.91	1.91	0.3
		2.02	1.91	
		2.02	2.14	
9.66 ^a	30	9.35	9.81	2.4
		9.35	9.42	
		9.35	9.27	
21.78 ^a	30	22.13	22.95	1.6
		23.85	21.72	
		19.79	22.53	
21.99 ^a	30	23.85	24.96	8.2
		22.88	25.08	
		23.98	22.06	
19.24	15	19.84	19.35	0.7
		18.97	17.90	
		18.64	19.18	
19.00	60	19.71	20.23	0.6
		18.56	18.32	
		19.47	19.13	
36.02	15	33.09	31.43	10.7
		31.16	32.65	
		31.74	32.83	
38.02	30	35.24	40.55	1.9
		39.30	34.73	
		35.84	38.19	
38.01	30	36.65	40.00	1.4
		40.55	37.43	
		38.32	38.19	

^a Utilizando una velocidad de captación por difusión de 2.14 mL/min
^{**} Utilizando muestreadores con fibras de lotes distintos

Comparación entre métodos mediante la recta de regresión

Correlación lineal de los datos obtenidos mediante los métodos 3M y SPME (n = 11)



Los límites de confianza de la pendiente y la ordenada en el origen (nivel de confianza del 95%) indican que estos parámetros no difieren en forma significativa de los valores ideales de 1 y 0 por lo que no hay diferencias sistemáticas entre los dos métodos utilizados.

- Los resultados obtenidos de la concentración de tolueno, en estaciones de servicio, con el muestreador pasivo estudiado no difieren significativamente de los obtenidos con el muestreador 3M-3500.
- Los resultados ponen de manifiesto que el muestreador difusivo basado en SPME puede ser utilizado para medir bajas concentraciones de tolueno ambiental
- El método desarrollado resulta de especial interés para la evaluación de la exposición laboral a bajas concentraciones y/o de corta duración (15 min)

[1] C. Prado, P. Marín, J.F. Periago. 12th Symposium on Handling of Environmental and Biological Samples in Chromatography. Zaragoza 2006.

[2] P. Marín, J.F. Periago, C. Prado. 12ª Jornadas de Análisis Instrumental. Barcelona 2008.

Agradecimientos

A Supelco y a D. René Desquenne (Porex Technologies GmbH Germany) por facilitar la disponibilidad del prototipo de fibra utilizado en el diseño y de los difusores de polietileno, respectivamente.