



Análisis de la fracción volátil de materias primas

C. Prado y J.F. Periago
Instituto de Seguridad y Salud Laboral de la Región de Murcia. issl@car.m.es

Introducción

- El análisis de los compuestos volátiles de las materias primas utilizadas en los diferentes sectores de actividad (barnices, colas, pinturas, lacas, etc) permite conocer de manera aproximada la composición cualitativa del ambiente de trabajo, es decir, permite conocer qué contaminantes pueden estar presentes en el aire que respiran los trabajadores de un determinado sector.
- Generalmente este análisis se realiza mediante la utilización de tubos de carbón activo. Éstos se sitúan en la boca del recipiente que contiene la materia prima y, mediante una bomba automática, se hace pasar el aire a través del lecho de carbón activo. Los compuestos orgánicos volátiles quedan adsorbidos en el carbón y, posteriormente, se desorben con sulfuro de carbono y se analiza la disolución resultante.

Objetivo

En este trabajo se presenta una alternativa al método convencional utilizando microextracción en fase sólida.

La extracción se ha realizado con dos tipos de fibra, una de polidimetilsiloxano (PDMS) y otra de carbowax/PDMS. Después de la extracción las fibras se desorben en el inyector del cromatógrafo. También se ha estudiado la desorción secuencial de las fibras de forma que los compuestos procedentes de ambas desorciones se analicen en un mismo cromatograma.

Experimental

Toma de muestras

1 Toma de muestra estándar de la fracción volátil

- Tubo de carbón activo
- Bomba de aspiración
- 15 min de toma de muestra a 1.5 L/min
- Desorción con S₂C durante 30 min
- Tiempo total 45 minutos

2 Toma de muestra, mediante microextracción en fase sólida de la fracción volátil

- Fibra recubierta con PDMS 100 μm o
- Fibra con Carbowax/Divinilbenceno 65 μm
- 0,5 ml de la materia prima situada en un vial a 20° C durante 1 minuto
- 1 min de extracción del espacio en cabeza de la materia prima a 20° C
- Tiempo total 2 minutos

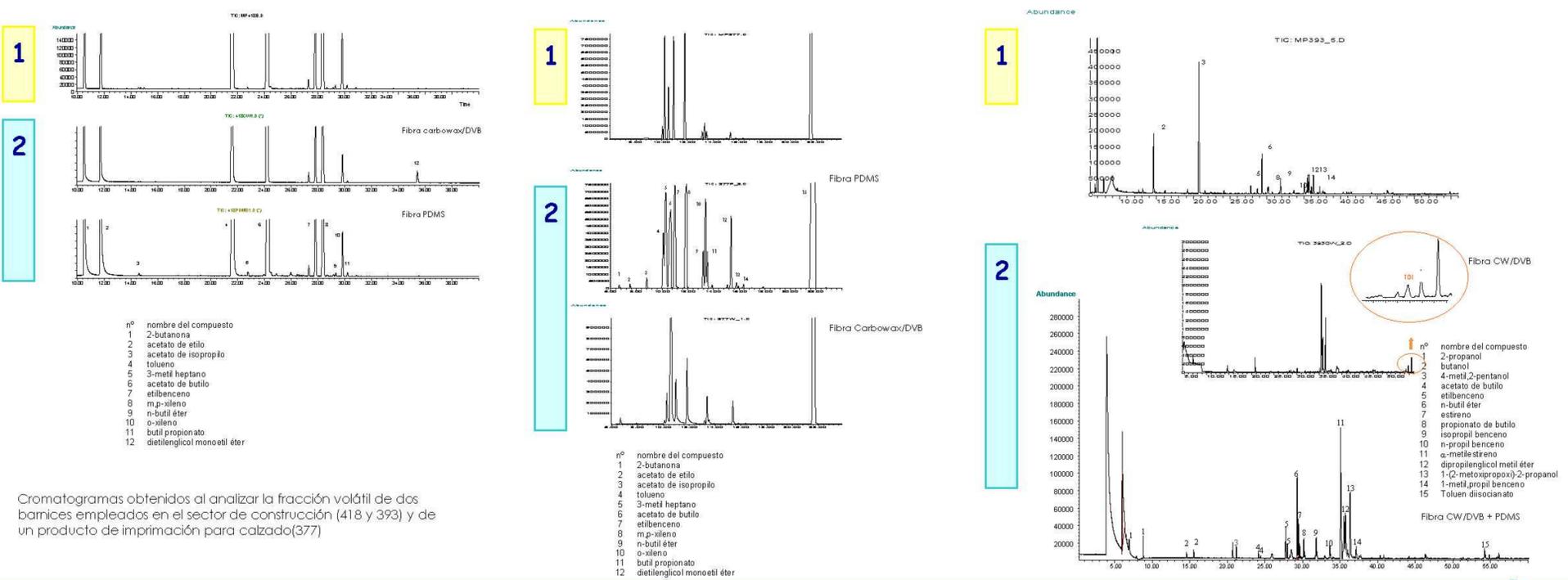


Análisis

Cromatógrafo de gases: HP 6890
Columna Polidimetilsiloxano 50 m x 0.25 mm ID x 1 μm
Detector: MS HP5973, tipo EI, ee 70eV, ec 34.6 μA, m/z de 29 a 450

Inyección estándar		Inyección SPME	
Tª inyector	250	Tª inyector	250, 2 min
Split ratio	24:1	Split ratio	12:1
Tª inicial columna	35	Tª inicial columna	35
Tiempo inicial	5 min	Tiempo inicial	5 min
	3°C/min	Rampa	3°C/min
	200°C	Tª final	200°C
Flujo de helio	0.6 mL/min	Flujo de helio	0.6 mL/min
Volumen inyección	1 μL		

Resultados y discusión



Chromatograms obtained from the analysis of the volatile fraction of two varnishes used in the construction sector (418 and 393) and of a printing product for shoe sole (377).

Conclusiones

- La microextracción en fase sólida puede utilizarse eficazmente para el análisis de compuestos orgánicos volátiles de materias primas.
- La fibra recubierta con 100 μm de PDMS proporciona resultados comparables a los obtenidos con carbón activo y el tiempo de obtención de la muestra es mucho menor (2 min frente a 45 min).
- El procedimiento utilizado, cuando se desorben las dos fibras secuencialmente, conduce a un perfil cromatográfico más completo de la fracción volátil de la materia prima.