

Evaluación de un prototipo de muestreador difusivo basado en SPME para la determinación de clorobenceno en aire

P. Marín, J.F. Periago, C. Prado
Instituto de Seguridad y Salud Laboral de la Región de Murcia

Introducción

La microextracción en fase sólida (SPME) se utiliza para la preconcentración de COVs en diferentes matrices (1,2)

La utilización de SPME presenta numerosas ventajas, como unir la toma de muestra y su preparación en una sola etapa

Actualmente se está estudiando la aplicación de SPME como muestreador pasivo para la evaluación de la exposición laboral a contaminantes ambientes laborales

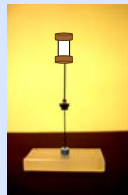
Objetivos

- Evaluar el comportamiento de un nuevo prototipo de muestreador pasivo basado en la difusión radial del analito hacia el adsorbente
- Determinar experimentalmente la velocidad de captación del clorobenceno
- Estudiar el efecto de la concentración, el tiempo de exposición, la temperatura y la humedad sobre la velocidad de captación
- Estudiar la estabilidad del analito durante el almacenamiento de la fibra

Experimental

Prototipo de muestreador por difusión

- 80 μ m Carboxen/PDMS en soporte metálico
- Celda de difusión: cilindro de PE hidrofóbico, porosidad 7-12 μ m, grosor de pared 1.7 mm, longitud 17.4 mm y cerrado en los extremos por material inerte. La célula de difusión se reemplaza por un tapón después del muestreo



Evaluación del comportamiento SPME-muestreador pasivo

Todas las experiencias se han realizado utilizando un sistema de generación de atmósferas de concentraciones conocidas

Determinación de la velocidad de captación

- Concentración clorobenceno: 2-48 mg/m³
- Tiempo de exposición: 30 - 60 min
- T: 20 °C \pm 2 °C
- HR: 50 % \pm 5%
- Concentración de la atmósfera comprobada por:
 - Muestreo activo con tubos de ATD (Tenax)
 - Detector de fotoionización (PID) MiniRAE 2000

Efecto de la temperatura y la humedad relativa

- Tiempo de exposición: 60 min
- Concentración clorobenceno: 48 mg/m³
- T: 10 °C \pm 2 °C y 40 °C \pm 2 °C
- HR: 20 % \pm 5% y 80 % \pm 5%

Estudio de estabilidad

- Concentración clorobenceno: 48 mg/m³
- Tiempo de exposición: 60 min
- Tiempo de almacenamiento: 24, 48 y 92 min

Análisis cromatográfico

- Cromatógrafo HP 6890N, modo splitless, FID
- Desorción SPME a 280°C, 2 min.
- HP-5, 30 m x 0.32 mm, 0.25 μ m, 35 °C durante 2 min, 10 °C/min hasta 80 °C, mantenida 2 min.
- Gas portador Helio a 1.2 ml/min

Conclusiones

En las condiciones estudiadas no se observan efectos estadísticamente significativos de la concentración, del tiempo de muestreo, de la humedad relativa y del tiempo de almacenamiento sobre la velocidad de captación

Los resultados obtenidos del análisis de varianza muestran que la temperatura sí tiene un efecto estadísticamente significativo sobre la velocidad de captación

Los resultados obtenidos son muy prometedores para el uso de este nuevo diseño de muestreador pasivo basado en microextracción en fase sólida para el control ambiental de contaminantes químicos

El método desarrollado resulta de especial interés para la evaluación de exposiciones laborales de corta duración (15 min)

Resultados

Concentración (mg/m ³)	Tiempo (min)	U (mL/min)
2.6	30	2,38
		2,51
		2,50
2.17	60	2,46
		2,54
		2,61
4.78	60	2,48
		2,58
		2,48
23.89	60	2,71
		2,55
		2,74
48.35	30	2,57
		2,69
		2,43
46.94	60	2,64
		2,43
		2,65

Determinación de la velocidad de captación

- Velocidad de captación difusiva media, U = 2.57 mL/min
- Desviación estándar = 0.11
- Desviación estándar relativa = 4.28 %

Temperatura	Humedad relativa	U (ml/min)
10°C	80%	2,25
		2,19
		2,37
10°C	20%	2,53
		2,50
		2,44
40°C	20%	2,76
		2,70
40°C	80%	2,53
		2,61
		2,49

Efecto de la temperatura y la humedad relativa

Análisis de varianza para U (velocidad de captación)					
Fuente	Suma de cuadrados	Df	Cuadrado de la media	Relación-F	Valor-P
PRINCIPALES EFECTOS:					
A: Temperatura	0.257532	1	0.257532	17.55	0.0008
B: Humedad relativa	0.0545082	1	0.0545082	3.71	0.0731
RESIDUAL	0.22011	15	0.014674		
TOTAL (CORREGIDO)	0.507013	17			

El valor-p de la temperatura es menor de 0.05, por lo que se puede afirmar que la temperatura tiene un efecto estadísticamente significativo sobre la velocidad de captación (U) con un nivel de confianza del 95%

Estudio de estabilidad

Análisis de varianza para U (velocidad de captación)					
Fuente	Suma de cuadrados	Df	Cuadrado de la media	Relación-F	Valor-P
PRINCIPALES EFECTOS:					
A: Tiempo	0.02512	3	0.00837333	0.56	0.6469
RESIDUAL	0.2378	16	0.0148625		
TOTAL (CORREGIDO)	0.26292	19			

El valor-p es mayor de 0.05, por lo que se puede afirmar que el factor tiempo no afecta significativamente a la velocidad de captación (U) con un nivel de confianza del 95%

T (h)	U (ml/min)
0	2.48
	2.54
	2.48
24	2.49
	2.5
	2.52
48	2.59
	2.39
	2.45
96	2.57
	2.45
	2.61
	2.53
	2.34
	2.64
	2.85
	2.45

[1] C. Prado, P. Marín, J.F. Periago, J. Chromatogr. A, 1011 (2003) 125
[2] C. Prado, J. Garrido, J.F. Periago, J. Chromatogr. B, 804 (2004) 255