

# Determinación de óxido de etileno en aire - Método de muestreadores pasivos por difusión / Cromatografía de gases

MTA/MA-022/A91

**Palabras clave:** óxido de etileno, cromatografía de gases, muestreadores pasivos.

## PRESENTACIÓN

El óxido de etileno es una sustancia empleada como reactivo de síntesis en la industria química y como esterilizante. El sector industrial utiliza generalmente el óxido de etileno en instalaciones de circuito cerrado y situadas al aire libre, con lo que el riesgo higiénico suele ser bajo. La situación es diferente en la esterilización clínica, donde el ciclo es abierto y el trabajo se efectúa en locales cerrados. La determinación en aire viene afectada por los bajos niveles que se requiere determinar (el TLV-TWA de la A.C.G.I.H. para 1991 es de 1 ppm A2) y por la obtención de una adecuada estabilidad de la muestra.

Existen diferentes métodos de captación y análisis e, incluso, directos para su determinación. Para su captación se pueden emplear absorbentes líquidos pero el procedimiento habitual es la utilización de carbón activo. Para aumentar la estabilidad de las muestras y la sensibilidad del procedimiento se puede emplear carbón activo impregnado con ácido bromhídrico, que transforma el óxido de etileno en 2-bromoetanol que es el analito determinado por cromatografía de gases. Algunos procedimientos requieren incluso una posterior derivatización para reducir las interferencias en el cromatograma.

En el presente método, la captación se realiza utilizando el muestreador pasivo 3M-3551 en el que tiene lugar la formación de 2-bromoetanol que es analizado por cromatografía de gases con un detector de captura de electrones. A las ventajas indicadas anteriormente cabe añadir en este caso el hecho de poder prescindir de los instrumentos tradicionales de muestreo, especialmente interesante por trabajar en áreas estériles. El método no permite la determinación de concentraciones puntuales del óxido y, en consecuencia, no es útil para medir exposiciones de esta duración.

El método "*Determinación de óxido de etileno en aire mediante muestreadores pasivos por difusión y cromatografía de gases*" es un **MÉTODO ACEPTADO** por el [Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo \(INSHT\)](#). Como **MÉTODO ACEPTADO** se entiende un método utilizado por el INSHT y que ha sido sometido a un protocolo de validación por organizaciones oficiales competentes en el área de normalización de métodos analíticos, o bien ha sido adoptado como método recomendado por asociaciones profesionales dedicadas al estudio y evaluación de riesgos por agentes químicos, así como, aquellos métodos recomendados por la UE o basados en métodos ampliamente conocidos y evaluados por especialistas en este tipo de análisis.

## Índice

### 1. OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

### 2. DEFINICIONES

### 3. FUNDAMENTO DEL MÉTODO

### 4. REACTIVOS Y PRODUCTOS

#### 4.1. Gases

#### 4.2. Reactivos

#### 4.3 Disoluciones

### 5. APARATOS Y MATERIAL

#### 5.1. Material para la toma de muestras

#### 5.2 Aparatos y material para el análisis

### 6. TOMA DE MUESTRAS

### 7. PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS

7.1. Preparación de la muestra

7.2. Calibración

7.3. Análisis cromatográfico

7.4. Determinación de la eficacia de desorción

## 8. CÁLCULOS

8.1. Determinación de la cantidad de 2-bromoetanol presente en la disolución de desorción

8.2. Conversión de la cantidad de 2-bromoetanol a su equivalente en óxido de etileno

8.3. Determinación de la cantidad de óxido de etileno presente en la muestra

8.4. Determinación de la concentración ambiental de óxido de etileno

## 9. PRECISIÓN

## 10. BIBLIOGRAFÍA

## ANEXO A

---

### 1. OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Se describe en este método el procedimiento a seguir y el equipo necesario para la captación mediante muestreadores pasivos, y análisis por cromatografía de gases, de óxido de etileno (N° CAS 75-21-8) en un intervalo de concentración de 2 µg a 3200 µg (10.1, 10.2, 10.5).

El resultado que se obtiene por este procedimiento es un valor medio integrado de la concentración a lo largo del tiempo de muestreo.

El límite superior del margen se establece en función del tiempo de muestreo y la capacidad del muestreador.

El límite inferior del margen depende de una serie de factores tales como el nivel de ruido del detector, blancos de la muestra y reactivos, eficacia de desorción y las interferencias en el análisis cromatográfico.

Cualquier compuesto presente en el aire que dé respuesta en el detector de captura de electrones y tenga el mismo tiempo de retención que el 2-bromoetanol en las condiciones descritas en el método, debe ser considerado como interferencia. Estas interferencias pueden minimizarse seleccionando las condiciones y columnas cromatográficas adecuadas.



### 2. DEFINICIONES

**2.1.** Un muestreador pasivo por difusión es un dispositivo capaz de tomar muestras de agentes químicos en forma de gas o vapor a velocidad controlada para un proceso físico, tal como la difusión, a través de orificios, membranas o medios porosos sin que se precise un movimiento activo del aire a través del muestreador.

**2.2.** El caudal de muestreo es una constante característica para cada compuesto químico y cada modelo de muestreador, que engloba la constante de diseño geométrico del mismo y el coeficiente de difusión del mencionado compuesto.



### 3. FUNDAMENTO DEL MÉTODO

La muestra personal se capta con un muestreador pasivo 3M-3551 en el cual el carbón activo está químicamente tratado y convierte el óxido de etileno a 2-bromoetanol. Posteriormente se extrae con una solución de 10 % (v/v) de cloruro de metileno en metanol durante 30 minutos y a continuación se diluye 10 veces con una solución de 50 % (v/v) de acetonitrilo en tolueno, y se analiza la disolución resultante en un cromatógrafo de gases equipado con detector de captura de electrones.



### 4. REACTIVOS Y PRODUCTOS

## 4.1. Gases

### 4.1.1. Nitrógeno purificado

## 4.2. Reactivos

Todos los reactivos serán de calidad analítica como mínimo.

### 4.2.1. Metanol

**NOTA:** SUSTANCIA TOXICA Y FÁCILMENTE INFLAMABLE Frases (R): 11-23125, Frases (S): 2-7-16-24 (10.3).

### 4.2.2. Cloruro de metileno

**NOTA:** SUSTANCIA NOCIVA. Frases (R): 20, Frases (S): 24 (10.3).

### 4.2.3. Acetonitrilo

**NOTA:** SUSTANCIA TOXICA Y FÁCILMENTE INFLAMABLE. Frases (R) 11-23/24/25, Frases (S): 16-27-44 (10.3).

### 4.2.5. 2-Bromoetanol

### 4.2.6. Oxido de etileno

**NOTA:** SUSTANCIA EXTREMADAMENTE INFLAMABLE Y TOXICA. Frases (R) 45-46-13-23-36/37/38, Frases (S) 53-3/7/9-16-33-44 (10.3).

## 4.3 Disoluciones

**4.3.1. Disolución desorbente:** de 10% (v/v) de cloruro de metileno en metanol.

**4.3.2. Disolución diluyente:** de 50% (v/v) de acetonitrilo en tolueno.

**4.3.3. Disolución patrón para la calibración a un nivel de concentración.** Se prepara añadiendo mediante microjeringas de precisión, una cantidad determinada de 2-bromoetanol (4.2.5) a un volumen de disolución desorbente (4.3.1), a fin de obtener una disolución patrón de concentración similar a la muestra a analizar. Dicha concentración se debe expresar en términos de mg/ml de disolución desorbente.

**4.3.4. Disoluciones patrón para la calibración multinivel.** Se preparan cinco disoluciones añadiendo mediante microjeringas de precisión diferentes cantidades de 2-bromoetanol (4.2.5) a un volumen de disolución desorbente (4.3.1) a fin de obtener disoluciones patrón de concentraciones que cubran el intervalo de aplicación del método. Dichas concentraciones se deben expresar en términos de mg/ml de disolución desorbente.

## 5. APARATOS Y MATERIAL

### 5.1. Material para la toma de muestras

**5.1.1. Muestreadores pasivos por difusión** a través de membrana para óxido de etileno 3M-3551.

### 5.2 Aparatos y material para el análisis

**5.2.1. Frascos volumétricos y pipetas** para las diluciones de 2-bromoetanol.

**5.2.2. Tubos con tapón roscado** de 2 ml de capacidad o mayores, con junta recubierta de politetrafluoretileno.

**5.2.3. Cromatógrafo de gases** equipado con detector de captura de electrones capaz de detectar una inyección de 0,02 µg de 2-bromoetanol con una relación señal ruido de, al menos, 5 a 1.

**5.2.4. Columna cromatográfica** de vidrio de 4m de longitud x 6,3 mm de diámetro externo, empaquetada con 5 % de DEGS sobre Chromosorb G 60/80 mallas.

**5.2.5. Integrador electrónico** u otro sistema equivalente para la medida de las áreas de los picos.

## 6. TOMA DE MUESTRAS

**6.1.** Para el muestreo personal colocar el muestreador en la zona de respiración siguiendo las instrucciones específicas del modelo utilizado.

**6.2.** Una vez terminado el período de captación desmontar la membrana y el aro de sujeción colocando en su lugar la tapa para la desorción, asegurando la hermeticidad de ésta y los tapones de la misma.

**6.3.** Anotar los datos de referencia y el momento en que se inicia y finaliza el muestro. Es importante también anotar temperatura, humedad y aquellos datos que puedan resultar de interés desde el punto de vista higiénico.

**6.4.** Las muestras pueden conservarse a temperatura ambiente y analizarse dentro de las cuatro semanas siguientes a su captación (10.1).

## 7. PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS

### 7.1. Preparación de la muestra

Siguiendo las instrucciones específicas del muestreador, este se desorbe con 1,5 ml de la disolución descrita en 4.3.1. durante 30 minutos con agitación ocasional manteniéndolo siempre en posición horizontal. Una vez realizada la desorción se diluyen las muestras diez veces con la disolución descrita en 4.3.2.

### 7.2. Calibración

**7.2.1. Calibración a un nivel de concentración.** La disolución patrón se prepara por triplicado según 4.3.3 analizándose en las mismas condiciones que las muestras, con el fin de obtener una respuesta media del analito (8.1.1).

**7.2.2. Calibración multinivel.** Cada una de las cinco disoluciones patrón preparadas según 4.3.4 se analizan en las mismas condiciones que las muestras. La curva de calibración se construye representando en un gráfica la concentración del compuesto de interés en mg/ml de disolución, frente al área del pico cromatográfico del 2-bromoetanol (véase anexo A).

### 7.3. Análisis cromatográfico

**7.3.1. Condiciones cromatográficas.** Las condiciones de trabajo para el cromatógrafo de gases equipado según se indica en 5.2.3 y 5.2.4 son las siguientes:

- Temperatura del inyector 200 °C
- Temperatura del horno 120 °C
- Temperatura del detector 250 °C
- Gas portador nitrógeno 25 ml/min
- Gas auxiliar nitrógeno 50 ml/min

**7.3.2. Inyectar una alícuota** de 3 µl de las disoluciones resultantes de la desorción de las muestras y de la disolución patrón, utilizándose la técnica del tapón de disolvente. Con una jeringa humedecida con la disolución diluyente (4.3.2) se toma, 1 µl de ésta, 1 µl de aire y 3 µl de muestra o disolución patrón, se tira hacia atrás el émbolo para evitar que quede líquido en la aguja de la jeringa y se lleva a cabo la inyección.

El área de pico correspondiente al 2-bromoetanol se mide con un integrador electrónico u otro sistema equivalente.

### 7.4. Determinación de la eficacia de desorción

La eficacia de desorción se determina mediante el coeficiente de recuperación que viene dado en las especificaciones técnicas del modelo del muestreador, no obstante se recomienda su cálculo por cada usuario si se dispone de un sistema de atmósferas

controladas (10.5).



## 8. CÁLCULOS

### 8.1. Determinación de la cantidad de 2-bromoetanol presente en la disolución de desorción

#### 8.1.1 Calibración a un nivel de concentración.

8.1.1.1. **Determinación del factor de respuesta.** Se calcula el factor de respuesta del analito con los datos obtenidos en 7.2.1 mediante la expresión:

$$F_R = \frac{m}{A}$$

donde:

m es la cantidad de analito en las disoluciones patrón.

A es el área promedio correspondiente al analito en las disoluciones patrón.

8.1.1.2. La concentración en miligramos por mililitro de analito en las disoluciones de desorción de cada muestra, se determina según la expresión:

$$c_o = A_o \times F_R$$

donde:

$c_o$  es la concentración de analito en mg/ml de disolución.

$A_o$  es el área correspondiente al pico de analito en la muestra.

$F_R$  es el factor de respuesta.

8.1.2. **Calibración multinivel.** Leer la concentración en miligramos por mililitro en la curva de calibración (véase 7.2.2 y anexo A).



### 8.2. Conversión de la cantidad de 2-bromoetanol a su equivalente en óxido de etileno

Se realiza mediante la siguiente expresión:

$$c_i = c_o \times \frac{44,05}{124,98}$$

donde:

$c_i$  es la concentración de óxido de etileno en mg/ml de disolución.

44,05 es el peso molecular de óxido de etileno.

124,98 es el peso molecular de 2-bromoetanol.



### 8.3. Determinación de la cantidad de óxido de etileno presente en la muestra

Una vez determinada la cantidad de óxido de etileno en la disolución de desorción, se calcula la cantidad en mg de compuesto mediante la siguiente expresión:

$$m_s = c_i \times V_d$$

$m_s$  es la masa de óxido de etileno captada por el muestreador.

Vd es el volumen de desorción (1,5 ml).

#### 8.4. Determinación de la concentración ambiental de óxido de etileno

Se calcula la concentración de óxido de etileno en aire muestreado, en miligramos por metro cúbico, por medio de la siguiente ecuación:

$$C_i = \frac{m_s \times 10^6}{SR \times CR \times t}$$

donde:

$C_i$  es la concentración ambiental del contaminante ( $\text{mg}/\text{m}^3$ ).

$m_s$  es la masa de contaminante captada (mg).

SR es el caudal de muestreo específico para el óxido de etileno (49,3 ml/min 760 mm Hg, 25 % Humedad relativa) (10.1, 10.2).

CR es el coeficiente de recuperación específico para óxido de etileno en tanto por uno (0,92).

t es el tiempo de exposición en minutos.

La concentración de óxido de etileno en aire, expresada en mililitro por metro cúbico (ppm), se calcula por medio de la siguiente expresión:

$$C_{\text{ppm}} = C_i \frac{24,0}{44,05} \times \frac{101,3}{P} \times \frac{T + 273,15}{293,15}$$

donde:

P es la presión del aire muestreado en kPa ( $10^3 \text{ N}/\text{m}^3$ ).

T es la temperatura del aire muestreado en °C.

44,05 es el peso molecular de óxido de etileno en g/mol.

#### 9. PRECISIÓN

En la evaluación de un método esencialmente igual al descrito, en un intervalo de concentraciones de 0,2 ppm a 0,8 ppm el coeficiente de variación promedio obtenido es del 6,8% y el sesgo promedio de 0,48% (10.1)

#### 10. BIBLIOGRAFÍA

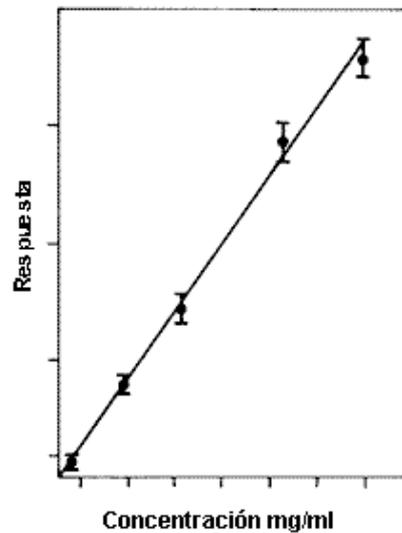
1. M.E. Mullins. "Sub-Part-per-Million ion Diffusional Sampling for Ethylene Oxide with the 3M-3550 Ethylene Oxide Monitor." Am. Ind. Hyg. Assoc. J. 46 (10), 625-631 (1985).
2. Occupational Safety and Health Administration (O.S.H.A.). Method 49, Ethylene Oxide. C. J. Elskamp, Salt Lake City, Utha. Occupational Safety and Health Administration Analytical Laboratory, Novembre, 1984
3. Real Decreto 2216/1985 <sup>(1)</sup> de 23.10 (Presid. BB.OO.E. 27.11.85, rect. 9.5.86) Reglamento sobre declaración de sustancias nuevas y clasificación, envasado y etiquetado de sustancias peligrosas, modificado por:
  - o Real Decreto 725/1988 de 3.6 (Minist. Rel. Cortes BB.OO.E. 9.7.88, rect. 4.8.88).
  - o Orden de 7.9 (Minist. Rel. Cortes B.O.E. 13.9.88).
  - o Orden de 29.11 (Minist. Rel. Cortes B.O.E. 4.12.90). 10.4.
4. 3M Company. Determination of Ethylene Oxide in Air. Organic Vapor Analytical Method nº 3. 1982, Rev. B.
5. 3M España S.A. Ficha Técnica de los Monitores 3M Ref. 3551 para Oxido de Etileno.

En este anexo se describe el procedimiento a seguir para el desarrollo de una curva de calibrado y control de la estabilidad de la misma a lo largo del tiempo.

Para el desarrollo de la misma, se preparan cinco disoluciones de calibración de los analitos de interés que cubran el intervalo de concentraciones de aplicación del método.

Analizar los patrones en las mismas condiciones que las muestras. Se recomienda un mínimo de seis inyecciones. Calcular para cada concentración y analito el promedio de las respuestas obtenidas y la desviación típica correspondiente. Las curvas de calibración se construyen representando los intervalos de los valores promedios  $\pm 2$  desviaciones típicas, frente a las concentraciones en mg/ml de cada analito.

Comprobar diariamente la curva de calibrado mediante el análisis de uno de los patrones de calibración. El valor obtenido para cada analito debe encontrarse dentro del intervalo asociado a ese patrón.



Para cualquier observación o sugerencia en relación con este Método puede dirigirse al  
**Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo**  
Centro Nacional de Verificación de Maquinaria  
Camino de la Dinamita, s/n Monte Basatxu-Cruces - 48903 BARACALDO (VIZCAYA)  
Tfn. 944 990 211 - 944 990 543 Fax 944 990 678  
Correo electrónico.- [cnvminsht@mtas.es](mailto:cnvminsht@mtas.es)

---

## ADENDA

### Revisión normativa

Las disposiciones siguientes han sufrido modificaciones después de la edición de este método en formato papel:

(1) Real Decreto 2216/1985: Derogado por el [Real Decreto 363/1995](#)