

Determinación de ésteres I (acetato de metilo, acetato de etilo, acetato de isobutilo, acetato de n-butilo) en aire - Método de adsorción en carbón activo / Cromatografía de gases

MTA/MA-023/A92

Palabras clave: Esteres, acetato de metilo, acetato de etilo, acetato de isobutilo, acetato de n-butilo, aire, cromatografía.

PRESENTACIÓN

Los acetatos de alcoholes son compuestos frecuentemente utilizados como disolventes en las industrias de fabricación de pinturas, tintas, colas, adhesivos, perfumes, así como, agente de extracción y materia prima de síntesis orgánica. Por esta razón, resulta de interés disponer de un método ensayado y validado para la determinación de vapores de este tipo de esterres en aire, con el fin de poder evaluar la exposición laboral a estos compuestos.

Para el estudio y evaluación del método analítico, se ha considerado como compuestos representativos de esta familia orgánica acetato de metilo, acetato de etilo, acetato de isobutilo y acetato de n-butilo. Sin embargo, este método de análisis puede aplicarse a compuestos de la misma familia como por ejemplo acetato de isopropilo, acetato de n-amilo, etc.

El método "*Determinación de ésteres I (acetato de metilo, acetato de etilo, acetato de isobutilo, acetato de n-butilo) en aire -Método de adsorción en carbón activo/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 en el INSHT y que ha sido sometido a un protocolo de validación por organizaciones oficiales competentes en el área de la 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 CEE o basados en métodos ampliamente conocidos y evaluados por especialistas en este tipo de análisis

Índice

1. OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

2. DEFINICIÓN

3. FUNDAMENTO DEL MÉTODO

4. REACTIVOS Y PRODUCTOS

4.1. Gases

4.2. Reactivos

4.3. Disoluciones

5. APARATOS Y MATERIAL

5.1. Aparatos y material para la toma de muestra

5.2. Aparatos y material para el análisis

6. TOMA DE MUESTRA

7. PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS

7.1. Preparación de muestras y blancos

7.2. Calibración

7.3. Análisis cromatográfico

7.4. Determinación de la eficacia de desorción

8. CÁLCULOS

8.1. Cálculo de la eficacia de desorción

8.2. Determinación de la concentración de analito presente en la disolución de desorción

8.3. Determinación de la cantidad de analito presente en la muestra

8.4. Determinación de la concentración de analito en el aire

9. PRECISIÓN

10. BIBLIOGRAFÍA

1. OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Se describe en este método el procedimiento a seguir y el equipo necesario para la captación en tubo de carbón activo y análisis por cromatografía de gases, de vapores en aire de cualquier mezcla de ésteres presentes en ambientes laborales en unos intervalos de concentración de:

50 $\frac{\text{mg}}{\text{m}^3}$ a	1150 $\frac{\text{mg}}{\text{m}^3}$ de acetato de metilo (N° CAS 79-20-9)
100 $\frac{\text{mg}}{\text{m}^3}$ a	2200 $\frac{\text{mg}}{\text{m}^3}$ de acetato de etilo (N° CAS 141-78-6)
50 $\frac{\text{mg}}{\text{m}^3}$ a	1000 $\frac{\text{mg}}{\text{m}^3}$ de acetato de isobutilo (N° CAS 110-19-0)
50 $\frac{\text{mg}}{\text{m}^3}$ a	1000 $\frac{\text{mg}}{\text{m}^3}$ de acetato de n-butilo (N° CAS 123-86-4)

en muestras de dos litros de aire. Los datos de validación para estos intervalos se incluyen en el [anexo A](#).

El límite superior del intervalo útil depende de la capacidad de adsorción del carbón utilizado, que se establece en función del volumen de ruptura (véase [apartado 2](#) y [tabla 1 del anexo A](#)), el cual no debe excederse durante el muestreo.

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

Este método de análisis se ha desarrollado para determinar concentraciones medias ponderadas en el tiempo de vapores de ésteres en aire, mediante la utilización de equipos de toma de muestras de bajo caudal, tanto para muestreos personales como en lugares fijos. No puede ser utilizado para medir concentraciones instantáneas o fluctuaciones de concentración en periodos cortos de tiempo.

Se considera como interferencia cualquier otro compuesto orgánico, que presente el mismo o próximo tiempo de retención que los compuestos a analizar, en las condiciones de operación descritas en este método. Estas interferencias pueden minimizarse seleccionando las condiciones y columnas cromatográficas adecuadas.

2. DEFINICIÓN

El volumen de ruptura del tubo de carbón, es el volumen de aire contaminado que puede pasarse a través de la primera sección de tubo, antes de que la concentración del contaminante en el aire eluyente alcance el 5% de la concentración de entrada.

3. FUNDAMENTO DEL MÉTODO

La muestra se recoge haciendo pasar una cantidad conocida de aire a través de un tubo relleno de carbón activo, mediante una bomba de muestreo personal, quedando los vapores orgánicos adsorbidos sobre el carbón. Posteriormente se desorben con sulfuro de carbono y se analiza la disolución resultante en un cromatógrafo de gases equipado con detector de ionización de llama.

Se obtienen las áreas de los picos de los analitos de interés y del patrón interno, determinando la cantidad presente en la muestra.

A partir de la masa de los analitos presentes en la muestra se obtienen las concentraciones ambientales.

4. REACTIVOS Y PRODUCTOS

4.1. Gases

4.1.1. Nitrógeno purificado

4.1.2. Hidrógeno purificado

4.1.3. Aire sintético puro

4.2. Reactivos

Todos los reactivos deben ser de calidad analítica.

4.2.1. Acetato de metilo

NOTA: SUSTANCIA INFLAMABLE. Frases (R) 11. Frases (S) 16-23-29-33. [Real Decreto 363/1995 \(10.2\)](#).

4.2.2. Acetato de etilo

NOTA: SUSTANCIA INFLAMABLE. Frases (R) 11. Frases (S) 16-23-29-33. [Real Decreto 363/1995 \(10.2\)](#).

4.2.3. Acetato de isobutilo

NOTA: SUSTANCIA INFLAMABLE. Frases (R) 11. Frases (S) 16-23-29-33. [Real Decreto 363/1995 \(10.2\)](#).

4.2.4. Acetato de n-butilo

4.2.5. n-Propilbenceno (patrón interno)

NOTA: SUSTANCIA IRRITANTE. Frases (R) 10-37. [Real Decreto 363/1995 \(10.2\)](#).

4.2.6. Sulfuro de carbono, debe estar exento de compuestos que coeluyan con los analitos de interés

NOTA: SUSTANCIA MUY INFLAMABLE Y MUY TOXICA. Frases (R) 12-26. Frases (S) 27-29-33-43-45. [Real Decreto 363/1995 \(10.2\)](#).

4.3. Disoluciones

4.3.1. Disolución desorbente: de sulfuro de carbono conteniendo el patrón interno en una concentración de 1 µl/ml.

4.3.2. Disolución patrón para la calibración a un nivel de concentración. Se prepara añadiendo mediante microjeringas de precisión, una cantidad determinada de cada analito 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.

4.3.3. Disolución patrón para la calibración multinivel. Se preparan cinco disoluciones añadiendo mediante microjeringas de precisión diferentes cantidades de cada analito 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. Aparatos y material para la toma de muestra

5.1.1. Bomba de muestreo. Se requiere una bomba de muestreo portátil capaz de mantener un funcionamiento continuo durante todo el tiempo de muestreo. El caudal de la bomba ha de mantenerse constante dentro de un intervalo $\pm 5\%$.

Para conectar la bomba y el tubo de carbón (o el soporte del tubo) se utilizará un tubo de goma o plástico de longitud y diámetro adecuados, a fin de evitar estrangulamientos y fugas en las conexiones.

Para la calibración de la bomba se utilizará preferentemente un medidor de burbuja de jabón.

5.1.2. Tubos de muestreo. Se utilizarán tubos de vidrio con los dos extremos cerrados a la llama de 7 cm de longitud, 6 mm de diámetro externo y 4 mm de diámetro interno, conteniendo dos secciones de carbón activo separadas por una porción de espuma de poliuretano de 2 mm. La primera sección contiene 100 mg de carbón activo 20/40 mallas y la segunda 50 mg (tubo tipo NIOSH 10.4). Entre el extremo de salida del tubo y la segunda sección se coloca una porción de 3 mm de espuma de poliuretano. Delante de la primera sección se coloca un tapón de lana de vidrio silanizada.

Los tubos deberán disponer de tapones de polietileno que ajusten bien, para prevenir fugas durante el transporte y almacenamiento de las muestras.

Se dispondrá de algún elemento de sujeción a fin de mantener el tubo de muestreo en disposición vertical en la zona de respiración del trabajador.



5.2. Aparatos y material para el análisis

5.2.1. Tubos con tapón roscado de 2 ml de capacidad o mayores, con junta de politetrafluoroetileno.

5.2.2. Cromatógrafo de gases equipado con detector de ionización de llama capaz de detectar una inyección de 5 ng de acetato de isobutilo con una relación señal-ruido de al menos 5 a 1.

5.2.3. Columna cromatográfica de acero inoxidable de 6,1 m por 3,17 mm de diámetro externo, empaquetada con 10% de FFAP en Chromosorb W AW DMCS 80/100 mallas o cualquiera otra capaz de separar los analitos de interés.

5.2.4. Integrador electrónico u otro método equivalente para la medida de las áreas de los picos.



6. TOMA DE MUESTRA

6.1. Bomba portátil

Calibrar la bomba portátil conectada a un tubo de muestreo (5.1.2.) en condiciones representativas de la toma de muestra, utilizando un medidor de caudal externo (medidor de burbuja de jabón).



6.2. Conexiones

Romper los dos extremos del tubo de carbón justo antes de comenzar el muestreo. Conectar la bomba al tubo de carbón con un tubo de goma o plástico de tal forma que la sección menor del tubo (segunda sección) sea la más próxima a la bomba. Evitar toda conexión, anterior a la entrada del tubo de carbón a fin de evitar posibles adsorciones de contaminantes en la misma, que conlleven a errores en las determinaciones.



6.3. Lugar de muestreo

Colocar verticalmente el tubo de muestreo en la zona de respiración del trabajador (por ejemplo, sujeto a la solapa). La bomba de muestreo se sujeta en el cinturón del trabajador o en su bolsillo. En el caso de muestras estáticas debe elegirse un lugar de muestreo adecuado.



6.4. Muestreo

Poner en marcha la bomba y controlar la duración del muestreo. Normalmente el caudal no debe exceder de 200 ml/min recomendándose un volumen de muestra de 2 litros (véase tabla 1 de Anexo A).



6.5. Anotaciones

Anotar y registrar los tiempos, temperatura, caudal y presión barométrica antes y después de la toma de muestra.

6.6. Finalización

Finalizado el muestreo, desconectar la bomba, retirar los tubos de muestreo y cerrar ambos extremos con los tapones de polietileno. Etiquetar convenientemente cada tubo.

6.7. Blanco de muestra

Con cada lote de muestras debe prepararse un blanco de muestra, utilizando tubos idénticos a los usados para el muestreo y sometidos a las mismas manipulaciones, excepto que no se ha pasado aire a su través.

6.8. Almacenado

Las muestras deben almacenarse refrigeradas y analizarse dentro de los catorce días siguientes a su captación ([véase tabla 4 del Anexo A](#)).

7. PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS

7.1. Preparación de muestras y blancos

Añadir 1 ml de la disolución desorbente ([4.3.1.](#)) a un tubo roscado y cerrarlo inmediatamente. Hacer una muesca en el tubo de carbón enfrente de la primera sección de carbón activo y romper el tubo. Se saca y se desecha la lana de vidrio. Añadir la primera sección de carbón al tubo con la disolución desorbente y volver a cerrar. Agitar el tubo ocasionalmente durante un período de 30 minutos para asegurarse que la desorción sea máxima. Repetir el mismo procedimiento para la segunda sección de carbón utilizando otro tubo roscado.

7.2. Calibración

7.2.1. Calibración a un nivel de concentración. Para minimizar errores en la adición del patrón interno en muestras y patrones se recomienda la utilización de la disolución desorbente ([4.3.1](#)), que lleva incorporado n-propilbenceno como patrón interno, tanto para la desorción de las muestras como para la preparación de la disolución patrón.

La disolución patrón se prepara por triplicado según [4.3.2](#) analizándose en las mismas condiciones que las muestras, con el fin de obtener una respuesta media de cada analito ([8.2.1.1](#)).

7.2.2. Calibración multinivel. Cada una de las cinco disoluciones patrón preparadas según [4.3.3](#), se analizan en las mismas condiciones que las muestras. Cada curva de calibración se construye representando en una gráfica las concentraciones del compuesto de interés en mg/ml de disolución, frente a las relaciones de áreas entre el pico del analito y el pico del patrón interno ([véase anexo B](#)).

7.3. Análisis cromatográfico

7.3.1. Condiciones cromatográficas. Las condiciones típicas de trabajo para el cromatógrafo de gases equipado según se indica en [5.2.2.](#) y [5.2.3.](#) son las siguientes:

- Temperatura del inyector 230 °C
- Temperatura del horno 100 °C
- Temperatura del detector 250 °C
- Gas portador nitrógeno: 30 ml/min
- Hidrógeno 40 ml/min

- Aire sintético 300 ml/min

7.3.2. Inyectar una alícuota de 1 a 5 µl tanto de las disoluciones resultantes de las desorciones del tubo de carbón (7.1.) como de las disoluciones patrón en el cromatógrafo de gases. Determinar las áreas de los picos de los analitos de interés y del patrón interno.

7.4. Determinación de la eficacia de desorción

La eficacia de desorción de los vapores de ésteres puede variar con el tipo y lote de carbón usado, siendo necesario calcularla para cada lote de carbón y para cada analito sobre el intervalo de aplicación del método. Para calcular dicha eficacia de desorción en todo el intervalo de aplicación del método, se inyectan diferentes cantidades de los analitos de interés en al menos tres tubos conteniendo 100 mg de carbón (primera sección de un tubo de muestreo) por cada nivel de concentración ensayado. Una vez adicionados los contaminantes a los tubos de carbón, se guardan refrigerados durante toda la noche para asegurar la completa adsorción. Estos tubos se tratan como muestras. Paralelamente debe prepararse un tubo blanco por cada concentración, de la misma manera que las muestras, excepto que no se le ha añadido contaminante.

Asimismo, se preparan dos o tres patrones inyectando el mismo volumen de los contaminantes en 1 ml de disolución desorbente, con la misma microjeringa utilizada en la preparación de las muestras.

Tanto los tubos blancos como de muestra, se desorben con 1 ml de disolución desorbente de la forma descrita en 7.1. analizándose dichas disoluciones, así como las disoluciones patrón de la misma manera que se ha descrito en el apartado 7.3.

8. CÁLCULOS

8.1. Cálculo de la eficacia de desorción

La eficacia de desorción (ED) se calcula basándose en los resultados obtenidos en el apartado 7.4., mediante la siguiente expresión:

$$ED = \frac{m_i - m_b}{m}$$

donde:

m_i es la cantidad promedio (mg) de analito recuperada en la primera sección del tubo de carbón (tubo tratado como muestra).

m es la cantidad promedio (mg) de analito añadida al patrón.

m_b es la cantidad de analito (mg) encontrada en el blanco.

En base a los datos de la [tabla 2 del Anexo A](#), puede considerarse que la eficacia de desorción para cada uno de los contaminantes objeto de este método no es constante en todo su intervalo de aplicación. Preparar un gráfico representando la eficacia de desorción (ED) frente a la cantidad de analito recuperada ($m_i - m_b$).

Se recomienda calcular dichas eficacias de desorción en cada laboratorio, no utilizándose aquellos tubos cuya eficacia de desorción sea inferior a 75% (ED = 0,75).

8.2. Determinación de la concentración de analito presente en la disolución de desorción

8.2.1. Calibración a un nivel de concentración

8.2.1.1. Determinación del factor de respuesta.

Se calcula el factor de respuesta para cada analito y para el patrón interno con los datos obtenidos en 7.2.1. mediante la expresión:

$$\bar{F}_R = \frac{m}{A}$$

donde:

m es la cantidad de analito o patrón interno en las disoluciones patrón.

\bar{A} es el área promedio correspondiente al pico de analito o patrón interno en las disoluciones patrón.

8.2.1.2. Determinación del factor de respuesta relativo.

Se calcula para cada compuesto utilizando la expresión:

$$f_i = \frac{\bar{F}_R \text{ analito}}{\bar{F}_R \text{ patrón interno}}$$

8.2.1.3. Determinación de la concentración en cada sección del tubo de muestreo

La concentración en miligramos por mililitro de cada analito en las disoluciones de desorción de cada sección del tubo de muestreo, se determina según la expresión:

$$c_i = \frac{A_i c_0 f_i}{A_0}$$

donde:

c_i es la concentración de analito en mg/ml de disolución

c_0 es la concentración de patrón interno en mg/ml de disolución

A_i es el área correspondiente al pico de analito en la muestra

A_0 es el área correspondiente al pico del patrón interno en la muestra

f_i es el factor de respuesta relativo

8.2.2. Calibración multinivel

Leer la concentración en miligramos por mililitro correspondiente a cada sección del tubo de muestreo en la curva de calibración ([véase 7.2.2.](#) y [anexo B](#)).



8.3. Determinación de la cantidad de analito presente en la muestra

Una vez determinada la concentración de analito en la disolución de desorción, se calcula la cantidad en mg de compuesto en el tubo de muestreo mediante la siguiente expresión:

$$m_s = \frac{c_f + c_p - c_b}{ED} V_d$$

donde:

m_s es la cantidad total de analito presente en la muestra, en mg.

c_f es la concentración de analito en mg/ml en la sección frontal del tubo de muestreo.

c_p es la concentración de analito en mg/ml en la sección posterior del tubo de muestreo.

c_b es la concentración de analito en mg/ml en las dos secciones del blanco.

ED es la eficacia de desorción calculada por interpolación en el gráfico de eficacias de desorción (véase 8.1);

V_d es el volumen de disolución desorbente, en ml.

8.4. Determinación de la concentración de analito en el aire

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

$$C_{\text{aire}} = \frac{m_s}{V}$$

donde:

C_{aire} es la concentración de analito en el aire muestreado, en mg/m³.

m_s es la cantidad total de analito presente en la muestra, en mg.

V es el volumen de aire muestreado, en m³.

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

$$C_{\text{ppm}} = C_{\text{aire}} \times \frac{24,0}{M} \times \frac{101,30}{P} \times \frac{t + 273,15}{293,15}$$

donde:

P es la presión del aire muestreado en kPa (10³ N/m²).

t es la temperatura del aire muestreado en °C.

M es el peso molecular del analito en g/mol.

9. PRECISIÓN

El coeficiente de variación del método, calculado a partir de los datos intralaboratorio de muestras captadas en atmósferas de ésteres de concentraciones conocidas, es inferior a 5% en todo el intervalo de aplicación del método (véase tabla 3 del anexo A).

10. BIBLIOGRAFÍA

- 10.1.** Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo. [Protocolo de validación para la determinación de gases y vapores orgánicos en un adsorbente sólido mediante un sistema activo. MTA/PV - I\(2\)/98.](#)
- 10.2.** [Real Decreto 363/1995](#) de 10 de marzo (BOE de 5.6.95). Reglamento sobre notificación de sustancias nuevas y clasificación, envasado y etiquetado de sustancias peligrosas. Modificado el Anexo I por la Orden de 13.9.95 (BOE de 19.9.95).⁽¹⁾

10.3. Chapman, Linda M. "Validation of gas and vapour sampling methods under field insult conditions" Am. Ind. Hyg. Assoc. J. 41, 630 (1980).

10.4. National Institute for Occupational Safety and Health. **Manual of Analytical Methods**. 3ª ed. Method 1405

ANEXO A

En este anexo se recogen las tablas de los datos obtenidos en las experiencias llevadas a cabo para el desarrollo del método, siguiendo los criterios indicados en el protocolo de validación para vapores orgánicos captados en un adsorbente sólido mediante un sistema activo (10.1.).

Tabla 1
Volumen de ruptura V_R (1)

Compuesto	C mg/m ³	Hr %	Q _{TM} (l/min)	V _R (l)
A. - VR obtenido para cada compuesto de forma Individual				
Acetato de metilo	1.310,28	80	0,210	9,0
Acetato de etilo	3.424,00	80	0,211	7,5
Acetato de isobutilo	1.292,78	78	0,207	20,0
Acetato de n-butilo	1.329,74	78	0,213	25,5
Acetato de n-amilo	995,23	75	0,192	32,5
B. - VR obtenido para una mezcla de cuatro compuestos				
Acetato de metilo	1.303,79	80	0,215	3,8
Acetato de etilo	2.548,32			4,8
Acetato de isobutilo	1.240,96			10,6
Acetato de n-butilo	1.258,81			12,0

(1) véase definición en el capítulo 2.

C Concentración de cada contaminante expresada en mg/m³ generada en la atmósfera

H_r humedad relativa.

Q_{TM} caudal de toma de muestra

Tabla 2
Eficacia de desorción (ED) de ésteres

Compuesto	C (1)	CR (1)	ED	s	CV (%)
Acetato de metilo	0,1347	0,1130	0,839	0,0245	2,92
	0,6363	0,5434	0,854	0,0207	2,42
	1,1685	1,0401	0,890	0,0191	2,15
	2,4310	2,2584	0,929	0,0205	2,21
Acetato de etilo	0,2720	0,2345	0,862	0,0237	2,75
	1,2760	1,1242	0,881	0,0195	2,22
	2,4133	2,2130	0,917	0,0135	1,47
	4,9253	4,6987	0,954	0,0228	2,39
Acetato de isobutilo	0,1342	0,1208	0,900	0,0229	2,55
	0,6130	0,5750	0,938	0,0121	1,29

	1,1910	1,1362	0,954	0,0091	0,95
	2,4043	2,3778	0,989	0,0298	3,01
Acetato de n-butilo	0,1352	0,1173	0,868	0,0331	3,82
	0,6183	0,5670	0,917	0,0153	1,67
	1,2080	1,1331	0,938	0,0113	1,21
	2.4297	2.3811	0,980	0,0306	3,12

C cantidad de compuesto añadida a 100 mg de carbón, expresada en mg.

C_R cantidad de compuesto recuperada, expresada en mg.

ED eficacia de desorción media.

(1): El nº de muestras en cada experiencia ha sido de 6 excepto en el caso de concentración más baja que ha sido de 4

Tabla 3
Muestreo /Análisis - Datos Intralaboratorio

Compuesto ⁽¹⁾	Hr %	C _A ⁽²⁾	C _R ⁽²⁾	R	s	CV %
Acetato de metilo	80	55,94	57,11	1,021	0,0135	1,32
Acetato de etilo	80	113,17	114,51	1,007	0,0258	2,56
Acetato de isobutilo	80	60,05	58,55	0,975	0,0419	4,30
Acetato de n-butilo	80	60,53	58,59	0,968	0,0456	4,71
Acetato de metilo	80	272,26	273,08	1,003	0,0149	1,49
Acetato de etilo	80	521,65	522,69	1,002	0,0134	1,34
Acetato de isobutilo	80	256,82	245,01	0,954	0,0163	1,71
Acetato de n-butilo	80	260,32	243,40	0,935	0,0254	2,72
Acetato de metilo	80	521,42	529,24	1,015	0,0134	1,32
Acetato de etilo	80	1.081,28	1.089,93	1,008	0,0120	1,19
Acetato de isobutilo	80	549,32	525,15	0,956	0,0118	1,24
Acetato de n-butilo	80	556,45	518,05	0,931	0,0208	2,23
Acetato de metilo	80	1.070,81	1.034,40	0,966	0,0103	1,07
Acetato de etilo	80	2.027,86	1.967,02	0,970	0,0092	0,95
Acetato de isobutilo	80	994,78	941,06	0,946	0,0238	2,52
Acetato de n-butilo	80	1.011,03	954,41	0,944	0,0127	1,35
Acetato de metilo	10	55,35	55,30	0,999	0,0206	2,06
Acetato de etilo	10	112,50	112,72	1,002	0,0227	2,27
Acetato de isobutilo	10	59,41	59,35	0,999	0,0271	2,71
Acetato de n-butilo	10	59,89	60,13	1,004	0,0453	4,51
Acetato de metilo	10	269,67	268,05	0,994	0,0060	0,64
Acetato de etilo	10	516,69	509,46	0,986	0,0077	0,78
Acetato de isobutilo	10	254,38	241,41	0,949	0,0176	1,86
Acetato de n-butilo	10	257,84	242,88	0,942	0,0202	2,15
Acetato de metilo	10	532,06	513,97	0,966	0,0080	0,83

Acetato de etilo	10	1.103,35	1.093,42	0,991	0,0050	0,51
Acetato de isobutilo	10	560,54	534,75	0,954	0,0070	0,73
Acetato de n-butilo	10	567,81	528,63	0,931	0,0161	1,73
Acetato de metilo	10	1.109,44	1.086,14	0,979	0,0137	1,40
Acetato de etilo	10	2.101,02	2.061,10	0,981	0,0148	1,51
Acetato de isobutilo	10	1.030,67	982,23	0,953	0,0151	1,59
Acetato de n-butilo	10	1.047,50	977,32	0,933	0,0150	1,61

C_A Concentración de cada contaminante expresada en mg/m³.

C_R Concentración media recuperada de cada contaminante expresada en mg/m³.

R Recuperación merla del muestreo y análisis expresada en tanto por uno.

(¹) Todos los datos se refieren a la mezcla de los cuatro contaminantes presentes en la atmósfera muestreada

(²) El n° de muestras para cada experiencia ha sido de 6

Tabla 4
Estudio de estabilidad de las muestras

Compuesto (¹)	Lote (²)	CR (³) mg/m ³	R	s	CV %
Acetato de metilo	1	1.034,40	0,966	0,0103	1,07
Acetato de etilo		1.967,02	0,970	0,0092	0,97
Acetato de isobutilo		941,06	0,946	0,0238	2,52
Acetato de n-butilo		954,41	0,944	0,0127	1,35
Acetato de metilo	2	887,92	0,829	0,0257	3,10
Acetato de etilo		1.995,41	0,987	0,0087	0,88
Acetato de isobutilo		978,86	0,984	0,0089	0,90
Acetato de n-butilo		981,71	0,971	0,0126	1,30
Acetato de metilo	3	1.009,77	0,943	0,0020	0,21
Acetato de etilo		1.981,22	0,977	0,0021	0,21
Acetato de isobutilo		966,93	0,972	0,0063	0,65
Acetato de n-butilo		965,53	0,955	0,0069	0,72
Acetato de metilo	4	734,43	0,686	0,3862	5,63
Acetato de etilo		2.076,53	1,024	0,0201	1,96
Acetato de isobutilo		1.020,64	1,026	0,0275	2,68
Acetato de n-butilo		966,87	0,986	0,0276	2,80
Acetato de metilo	5	1.040,83	0,972	0,0159	1,64
Acetato de etilo		2.157,64	1,064	0,0082	0,77
Acetato de isobutilo		1.045,51	1,051	0,0054	0,51
Acetato de n-butilo		1.047,43	1,036	0,0096	0,93

(1): Concentraciones de ésteres en la atmósfera:

acetato de metilo 1.070,81 mg/m³ ;
acetato de etilo 2.027,86 mg/m³ ;
acetato de isobutilo 994,78 mg/m³ ;
acetato de n-butilo 1.011,03 mg/m³.

La humedad relativa de la atmósfera ha sido 80%.

(2): Lote 1 analizado el mismo día de la toma de muestra;
lote 2 almacenado a temperatura ambiente 7 días;
lote 3 almacenado refrigerado durante 7 días;
lote 4 enviando por correo y analizando al cabo de 14 días;
lote 5 almacenando refrigerado durante 14 días.

(3): El número de muestras por experiencia ha sido de cinco, excepto en el lote 1 que ha sido de seis.



ANEXO B DESARROLLO DE UNA CURVA DE CALIBRADO

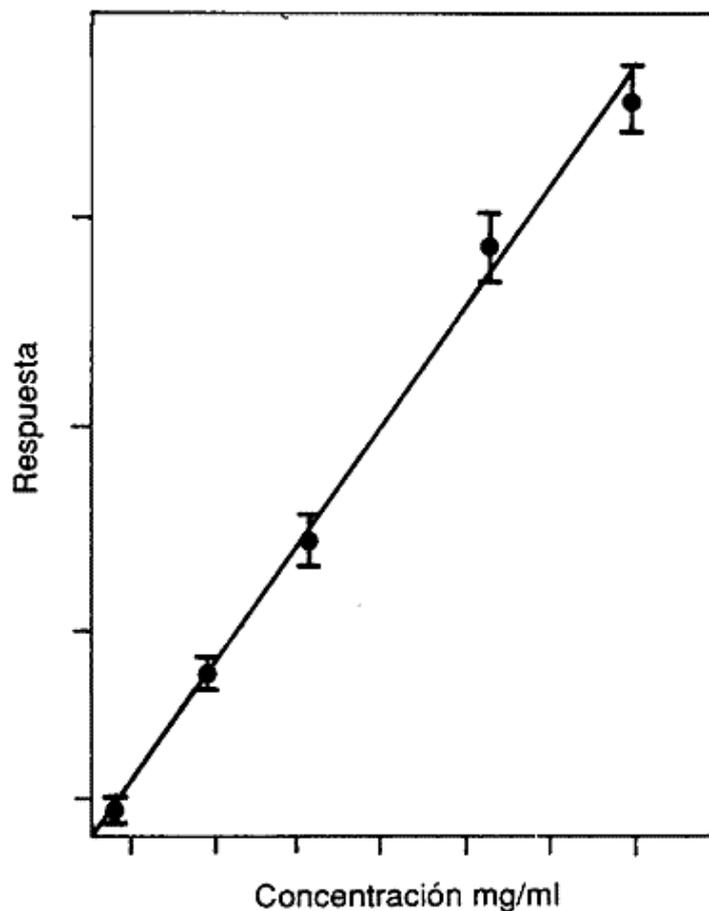
En este anexo se describe el procedimiento a seguir para el desarrollo de una curva de calibrado y control de la estabilidad de la misma a lo largo del tiempo.

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 ± 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.



ADENDA

Revisión normativa

La disposición siguiente han sufrido modificaciones después de la edición de este método en formato papel:

⁽¹⁾[Real Decreto 363/1995](#). Sufre periódicamente modificaciones por lo que es conveniente consultar los listados que en esta Web se trata de mantener actualizados

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 - 9 44 990 543 Fax 944 990 678

Correo electrónico.- cnvminsht@mtas.es