

Determinación de hidrocarburos alifáticos (n-hexano, n-heptano, n-octano, n-nonano) en aire - Método de adsorción en carbón activo / Cromatografía de gases

MTA/MA-029/A92

Palabras clave: hidrocarburos alifáticos, n-hexano, n-heptano, n-octano, n-nonano, aire, cromatografía de gases.

PRESENTACIÓN

Los hidrocarburos alifáticos son compuestos frecuentemente utilizados como disolventes de aceites, grasas, caucho, resinas, etc., en las industrias de obtención y recuperación de aceites, fabricación de pinturas, tintas, colas, adhesivos, así como, materia prima de síntesis orgánica. Por esta razón, resulta de interés disponer de un método ensayado y validado para la determinación de vapores de hidrocarburos alifáticos en aire, con el fin de poder evaluar la exposición laboral a este tipo de compuestos.

Para el estudio y evaluación del método analítico, se ha considerado como compuestos representativos de esta familia orgánica n-hexano, n-heptano, n-octano y n-nonano. Sin embargo, este método de análisis puede aplicarse a compuestos de la misma familia como por ejemplo n-pentano, n-decano, etc.

El método "*Determinación de hidrocarburos alifáticos (n-hexano, n-heptano, n-octano, n-nonano) 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 CE 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

6.1. Bomba portátil

6.2. Conexiones

6.3. Lugar de muestreo

6.4. Muestreo

6.5. Anotaciones

6.6. Finalización

6.7. Blanco de muestra

6.8. Almacenado

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 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 hidrocarburos alifáticos presentes en ambientes laborales en unos intervalos de concentración de:

15 mg/m³ a 300 mg/m³ de n-Hexano (Nº CAS 110-54-3)

140 mg/m³ a 2800 mg/m³ de n-Heptano (Nº CAS 142-82-5)

130 mg/m³ a 2600 mg/m³ de n-Octano (Nº CAS 111-65-9)

115 mg/m³ a 2250 mg/m³ de n-Nonano (Nº CAS 111-84-2)

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 hidrocarburos alifáticos 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 ó 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 del 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. n-Hexano

NOTA: SUSTANCIA NOCIVA Y FÁCILMENTE INFLAMABLE. Frases (R) 11-20-48. Frases (S) 9-16-24/25-2951. Real Decreto 2216/1985 (10. 2).

4.2.2. n-Heptano

NOTA: SUSTANCIA FÁCILMENTE INFLAMABLE. Frases (R) 11. Frases (S) 9-16-23-29-33. Real Decreto 2216/1985. (10. 2).

4.2.3. n-Octano

NOTA: SUSTANCIA FÁCILMENTE INFLAMABLE. Frases (R) 11. Frases (S) 9-16-29-33. Real Decreto 2216/1985. (10. 2).

4.2.4. n-Nonano

4.2.5. n-Propilbenceno (patrón interno)

NOTA: SUSTANCIA IRRITANTE. Frases (R) 10-37. Real Decreto 2216/1985. (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 2216/1985. (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 adecuado, 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 10.3). 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 n-octano 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 sistema 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 100 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 quince 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 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 hidrocarburos alifáticos 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, 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) para cubrir el intervalo de aplicación del método. Una vez adicionados los contaminantes a los tubos de carbón, se guardan refrigeradas 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.

De acuerdo con 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 es constante en todo su intervalo de aplicación.

Por tanto, la eficacia de desorción para cada contaminante se calcula promediando los valores obtenidos sobre todo su intervalo de aplicación, estos valores promedios son: 1,019 para el n-hexano; 1,015 para el n-heptano, n-octano y n-nonano.

En cualquier caso se recomienda calcular dichos valores 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:

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

donde:

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

\overline{A} es el área promedio correspondiente a cada 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:

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

8.2.1.3. Determinación de la concentración de cada analito en las disoluciones de desorción de 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:

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

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.

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 el 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 hidrocarburos alifáticos de concentraciones conocidas, es inferior a 4% 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/90
- 10.2. Real Decreto 2216/1985⁽¹⁾ de 23.10 (Presid. 1313.00.E. 27.11.85, rect. 9.5.86) **Reglamento sobre declaración de sustancias nuevas y clasificación, envasado y etiquetado de sustancias peligrosas**, actualizado por Orden de 9.12.1992 (Minist. Rel. Cortes B.O.E. 17.12.92)
- 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. Methods 1401 y 1402

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⁾

A. - V_R obtenido por compuesto de forma individual				
Compuesto	C mg/m ³	H _R %	Q _{TM} (l/min)	V _R (1)
n-Pentano	5470	76	0,110	2,1
n-Hexano	2377	76	0,204	4,5
n-Heptano	3888	76	0,203	5,5
n-Octano	5075	76	0,206	5,4
n-Nonano	5983	80	0,207	4,8
n-Decano	5165	80	0,210	6,5
B. - V_R obtenido para una mezcla de cuatro compuestos				
n-Hexano	368	76	0.112	2,3
n-Heptano	3002			2,7
n-Octano	2718			3,8
n-Nonano	2462			6,8
n-Hexano	352			3,0

n-Heptano	2870	10	0,118	3,6
n-Octano	2599			4,2
n-Nonano	2354			8,3
C. - V _R obtenido para una mezcla de cinco compuestos				
n-Hexano	363,60	76	0,113	2,4
n-Heptano	2516,08			2,5
n-Octano	2588,18			2,8
n-Nonano	2648,02			3,6
n-Decano	2714,00			7,0

(1) véase definición en apartado 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 hidrocarburos alifáticos

Compuesto	C ⁽¹⁾	C _R ⁽¹⁾	ED	s	CV (%)
n-Hexano	0,0274	0,0292	1,066	0,0075	0,70
	0,1502	0,1520	1,012	0,0112	1,11
	0,2997	0,2997	1,000	0,0051	0,51
	0,5936	0,5924	0,998	0,0125	1,25
n-Heptano	0,2218	0,2327	1,049	0,0050	0,48
	1,2188	1,2285	1,008	0,0092	0,91
	2,4410	2,4483	1,003	0,0053	0,53
	4,8270	4,8222	0,999	0,0127	1,27
n-Octano	0,2019	0,2102	1,041	0,0076	0,73
	1,0956	1,1044	1,008	0,0090	0,89
	2,2040	2,2150	1,005	0,0052	0,52
	4,3671	4,3933	1,006	0,0094	0,93
n-Nonano	0,1851	0,1908	1,031	0,0087	0,84
	0,9860	0,9939	1,008	0,0083	0,82
	1,9880	2,0079	1,010	0,0114	1,13
	3,9525	4,0039	1,013	0,0059	0,58

(1) El n° de muestras en cada experiencia ha sido de 3.

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

Tabla 3
Muestreo /Análisis - Datos Intralaboratorio

Compuesto ⁽¹⁾	H _R %	C _A ⁽²⁾	C _R ⁽²⁾	R	s	CV %
n-Hexano	78	297,23	309,73	1,042	0,0244	2,34
n-Heptano	78	2796,36	2845,39	1,017	0,0275	2,70
n-Octano	78	2550,08	2514,28	0,986	0,0366	3,71
n-Nonano	78	2261,35	2155,07	0,953	0,0348	3,65
n-Hexano	78	143,83	152,03	1,057	0,0207	1,96
n-Heptano	78	1353,69	1399,71	1,034	0,0214	2,07
n-Octano	78	1232,35	1239,74	1,006	0,0213	2,12
n-Nonano	78	1093,84	1061,02	0,970	0,0244	2,51
n-Hexano	78	76,49	80,62	1,054	0,0091	0,86
n-Heptano	78	715,17	740,92	1,036	0,0109	1,05
n-Octano	78	655,78	653,81	0,997	0,0137	1,37
n-Nonano	78	581,47	556,47	0,957	0,0214	2,16
n-Hexano	78	15,29	15,37	1,005	0,0271	2,70
n-Heptano	78	144,01	140,84	0,978	0,0305	3,12
n-Octano	78	130,95	124,93	0,954	0,0338	3,54
n-Nonano	78	115,97	108,32	0,934	0,0274	2,93
n-Hexano	10	313,39	326,87	1,043	0,0106	1,02
n-Heptano	10	2955,02	2996,39	1,014	0,0125	1,23
n-Octano	10	2679,88	2674,52	0,998	0,0346	3,47
n-Nonano	10	2381,39	2271,85	0,954	0,0132	1,38
n-Hexano	10	149,19	153,96	1,032	0,0141	1,37
n-Heptano	10	1406,78	1418,03	1,008	0,0155	1,54
n-Octano	10	1275,80	1252,84	0,982	0,0224	2,28
n-Nonano	10	1133,65	1080,37	0,953	0,0156	1,64
n-Hexano	10	82,36	86,89	1,055	0,0168	1,59
n-Heptano	10	763,43	797,02	1,044	0,0181	1,73
n-Octano	10	684,66	699,72	1,022	0,0179	1,75
n-Nonano	10	601,70	588,46	0,978	0,0227	2,83
n-Hexano	10	14,70	14,58	0,992	0,0302	3,04
n-Heptano	10	134,28	136,83	1,019	0,0304	2,98
n-Octano	10	124,75	122,63	0,983	0,0288	2,93
n-Nonano	10	111,57	104,32	0,935	0,0333	3,56

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

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

R Recuperación media 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⁾	C _R ⁽³⁾ mg/m ³	R	s	CV %
n-Hexano	1	309,73	1,042	0,0244	2,34
n-Heptano		2845,39	1,017	0,0275	2,70
n-Octano		2514,28	0,986	0,0366	3,71
n-Nonano		2155,07	0,953	0,0348	3,65
n-Hexano	2	312,98	1,053	0,0257	2,44
n-Heptano		2849,49	1,019	0,0282	2,77
n-Octano		2501,63	0,981	0,0306	3,12
n-Nonano		2127,93	0,941	0,0331	3,52
n-Hexano	3	313,58	1,055	0,0138	1,31
n-Heptano		2855,08	1,021	0,0194	1,90
n-Octano		2509,28	0,984	0,0325	3,30
n-Nonano		2148,28	0,950	0,0382	4,02
n-Hexano	4	305,55	1,028	0,0308	3,00
n-Heptano		2810,34	1,005	0,0275	2,74
n-Octano		2488,88	0,976	0,0273	2,80
n-Nonano		2123,41	0,939	0,0321	3,42

(1): Concentraciones de hidrocarburos alifáticos en la atmósfera:

- n-hexano 297,23 mg/m³;
- n-heptano 2796,36 mg/m³;
- n-octano 2550,08 mg/m³;
- n-nonano 2261,35 mg/m³.

La humedad relativa de la atmósfera ha sido 78%.

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

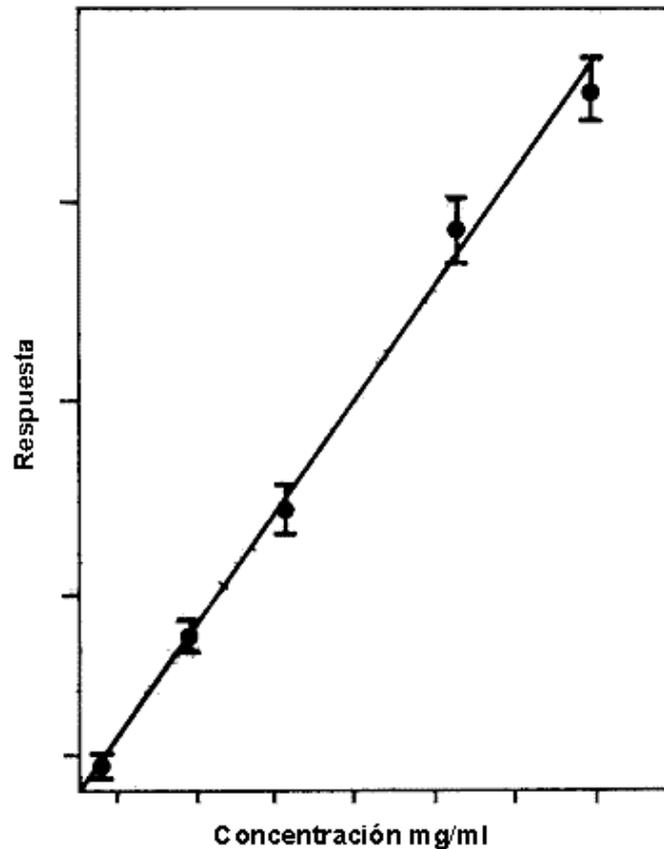
(3): El número de muestras por experiencia ha sido de seis, excepto en el lote 3, que ha sido de cinco.

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

⁽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

