



# Determinación de Hidrocarburos Aromáticos Clorados (Cloruro de Bencilo, 1,2 - Diclorobenceno) En Aire. Método de Adsorción en Carbón Activo / Cromatografía de Gases

MTA/MA - 053/A02

NIPO 211-05-026-0

**Palabras clave:** Hidrocarburos aromáticos clorados, cloruro de bencilo, 1,2 - diclorobenceno, aire, cromatografía de gases.

## Índice

### 1. OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

### 2. DEFINICIÓN

2.1. Volumen de ruptura

2.2. Sesgo

2.3. Precisión

2.4. Incertidumbre global

### 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. Condiciones cromatográficas

7.2. Análisis cromatográfico

7.3. Determinación de la eficacia de desorción

### 8. CÁLCULOS

8.1. Determinación de la cantidad de hidrocarburo presente en la muestra

8.2. Determinación de la concentración de hidrocarburo en el aire muestreado

## 1. OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

El método describe el procedimiento a seguir y el equipo necesario para la determinación de concentraciones de vapores en aire de cualquier mezcla de cloruro de bencilo y 1,2-diclorobenceno presentes en los lugares de trabajo, mediante su captación en tubo de carbón activo y análisis por cromatografía de gases.

Siguiendo los criterios indicados en el protocolo de validación del INSHT (10.2.) se ha validado el método para una mezcla de cloruro de bencilo y 1,2-diclorobenceno, en unos intervalos de concentración de:

0,31 mg/m<sup>3</sup> a 11,34 mg/m<sup>3</sup> de cloruro de bencilo

12,62 mg/m<sup>3</sup> a 226,91 mg/m<sup>3</sup> de 1,2-diclorobenceno

que corresponden a 1/10 VLA-ED y 2 VLA-ED (10.3.), para muestras de 20 litros de aire captadas a un caudal de 0,2 l/min. Los datos de la validación se incluyen en el anexo A.

Este método también se podría utilizar en intervalos de concentraciones mayores que los anteriores. En cualquier caso, 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 2.1. y tabla 1, del anexo A), mientras que el límite inferior depende de una serie de factores tales como: blancos de muestra y reactivos, eficacia de desorción y nivel de ruido del detector.

Este método de toma de muestra y análisis, desarrollado para determinar concentraciones medias ponderadas en el tiempo de vapores de cloruro de bencilo y 1,2-diclorobenceno en aire, en muestreos personales y en lugares fijos, puede ser utilizado para realizar mediciones para comparar con los valores límite y mediciones periódicas (4.5. y 4.6. de UNE EN 482) (10.1.). También podría utilizarse para realizar mediciones para la evaluación aproximada de la concentración media ponderada en el tiempo (4.2. de UNE EN 482).



## 2. DEFINICIÓN

### 2.1. Volumen de ruptura

Es el volumen de aire contaminado que puede pasarse, a través de la primera sección del tubo de muestreo, antes de que la concentración de contaminante en el aire eluyente alcance el 5% de la concentración de entrada (10.2.)



### 2.2. Sesgo

Es la desviación o diferencia de los resultados obtenidos aplicando un procedimiento de medida con respecto al valor aceptado como referencia (10.2.)



### 2.3. Precisión

Es el grado de concordancia entre los resultados obtenidos aplicando el método repetidas veces bajo condiciones determinadas (10.2.).



### 2.4. Incertidumbre global

Es una cantidad utilizada para caracterizar, como un todo, la incertidumbre del resultado dado por un procedimiento de medida (10.1.).



## 3. FUNDAMENTO DEL MÉTODO

Las muestras de cloruro de bencilo y 1,2-diclorobenceno en aire se obtienen haciendo pasar, con la ayuda de una bomba de muestreo

personal, un volumen de 20 litros de aire a través de un tubo relleno de carbón activo, quedando los vapores adsorbidos sobre el carbón.

Los hidrocarburos aromáticos clorados se desorben con 1 ml de sulfuro de carbono que contiene 1 ml de etilbenceno como patrón interno y la disolución resultante se analiza en un cromatógrafo de gases equipado con detector de ionización de llama. A partir de las masas de cada hidrocarburo 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

#### 4.1.4. Helio

### 4.2. Reactivos

Todos los reactivos deben ser de calidad analítica.

#### 4.2.1. Cloruro de bencilo [C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>-CH<sub>2</sub>] (CAS 100-44-7)

**NOTA:** SUSTANCIA TÓXICA. Frases (R) 22-23-37/38-40-41. Frases (S) 36/37-38-45. Real Decreto 363/1995 <sup>(1)</sup> (10.4.).

#### 4.2.2. 1,2-Diclorobenceno [C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>Cl<sub>2</sub>] (CAS 95-50-1)

**NOTA:** SUSTANCIA NOCIVA Y PELIGROSA PARA EL MEDIO AMBIENTE. Frases (R) 22-36/37/38-50/53. Frases (S) 23-60-61. Real Decreto 363/1995 <sup>(1)</sup> (10.4.).

#### 4.2.3 Sulfuro de Carbono [S<sub>2</sub>C] (CAS 75-15-0) debe estar exento de compuestos que coeluyan con los analitos de interés.

**NOTA:** SUSTANCIA FÁCILMENTE INFLAMABLE Y TÓXICA. Frases (R) 11-36/38-48/23-62-63. Frases (S) 16-33-36/37-45. Real Decreto 363/1995 <sup>(1)</sup> (10.4.).

#### 4.2.4. Etilbenceno (patrón interno) [C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>-C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>] (CAS 100-41-4)

**NOTA:** SUSTANCIA FÁCILMENTE INFLAMABLE Y NOCIVA. Frases (R) 11-20. Frases (S) 16-24/25-29. Real Decreto 363/1995 <sup>(1)</sup> (10.4.).

### 4.3. Disoluciones

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

#### 4.3.2. Disoluciones patrón

##### 4.3.2.1. Disoluciones para la determinación de la eficacia de desorción.

**4.3.2.1.1. Disolución primaria (A):** Se prepara pesando 0,5 ml de cloruro de bencilo y 9,5 ml de 1,2-diclorobenceno. La concentración de esta disolución es de aproximadamente 56 µg/ml de cloruro de bencilo y 1.234 µg/ml de 1,2-diclorobenceno.

**4.3.2.1.2. Disolución primaria (B):** Se prepara pesando 0,05 ml de cloruro de bencilo y 1 ml de 1,2-diclorobenceno; se afora a 10 ml con tolueno y se pesa. La concentración de esta disolución es de aproximadamente 5 µg/ml de cloruro de bencilo y 129 µg/ml de 1,2-diclorobenceno.

##### 4.3.2.2. Disoluciones para la calibración

**4.3.2.2.1. Disolución primaria (C):** Se prepara pesando 0,1 ml de cloruro de bencilo y 2 ml de 1,2-diclorobenceno; se afora a 10 ml con tolueno y se pesa. La concentración de esta disolución es de aproximadamente 11 µg/ml de cloruro de bencilo y 263 µg/ml de 1,2-diclorobenceno.

**4.3.2.2.2. Disolución primaria (D):** Se prepara pesando 0,5 ml de cloruro de bencilo y 8,5 ml de 1,2-diclorobenceno; se afora a 10 ml con tolueno y se pesa. La concentración de esta disolución es de aproximadamente 55 µg/ml de cloruro de bencilo y 1.110 µg/ml de 1,2-diclorobenceno.

**4.3.2.2.3. Disoluciones patrón para la calibración.** Se preparan 8 disoluciones patrón adicionando 1, 2, 3 y 4 µg de la disolución primaria (C) (4.3.2.2.1.) y 1, 2, 3, 4 y 5 µl de la disolución primaria (D) (4.3.2.2.2.) a viales que contienen 1 ml de disolución de desorción (4.3.1.), a fin de obtener disoluciones patrón de concentraciones que cubran el intervalo de aplicación del método: 11 µg/ml a 275 µg/ml para el cloruro de bencilo y 263 µg/ml a 5550 µg/ml para el 1,2-diclorobenceno.

**Ejemplo:** se pesa un vial vacío, se le adiciona 1 ml de la disolución de desorción y se vuelve a pesar. A continuación se le adiciona 1 µl de de disolución primaria (D) y se pesa de nuevo. La concentración de esta disolución patrón será de 55 µg de cloruro de bencilo y 1.110 µg de 1,2-diclorobenceno por ml de disolución de desorción.

**NOTA:** Todas las disoluciones han sido preparadas llevando a cabo un control gravimétrico (con balanza de precisión) de las mediciones volumétricas. Este control gravimétrico mejora la calibración y por ende la calidad de los resultados analíticos. Alternativamente las disoluciones pueden ser preparadas utilizando únicamente microjeringas y material volumétrico de precisión.



## 5. APARATOS Y MATERIAL

### 5.1. Aparatos y material para la toma de muestra

**5.1.1. Bomba de muestreo.** Se requiere una bomba tipo G, 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  $\pm 5\%$  (UNE EN 1232) (10.5.).

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

**5.1.2. Medidor de caudal,** preferentemente de flujo primario, para la calibración del caudal de la bomba.

**5.1.3. 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 20/40 mallas y la segunda, 50 mg. 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 posición vertical en la zona de respiración del trabajador.



### 5.2. Aparatos y material para el análisis

**5.2.1. Cromatógrafo de gases** HP 5890 equipado con inyector automático HP 7673A y detector de ionización de llama.

**5.2.2. Columna cromatográfica** de sílice fundida de 50 m de longitud y 0,2 mm de diámetro interno de SE-30.

**5.2.3. Integrador electrónico** HP 3396 sistema de tratamiento de datos.

**5.2.4. Viales de boca ancha,** de 2 ml de capacidad, con tapones de sellado de aluminio y junta de politetrafluoroetileno.

**5.2.5. Pipetas y material volumétrico de precisión** para la preparación de disoluciones primarias. Se utiliza una pipeta de 1 ml para dispensar la disolución de desorción.

**5.2.6. Microjeringas de precisión** para la preparación de las disoluciones patrón para la calibración.



## 6. TOMA DE MUESTRA

**6.1.** Se calibra la bomba conectada a un tubo del mismo lote que los utilizados en el muestreo (UNE - EN 1232) (10.5.).

**6.2.** Se rompen los dos extremos del tubo de carbón justo antes de comenzar el muestreo. Se conecta la bomba al tubo de muestreo

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. Se debe evitar toda conexión anterior a la entrada del tubo de muestreo, a fin de prevenir posibles adsorciones de contaminantes en la misma, que conlleven a errores en las determinaciones.

**6.3.** Se coloca 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 en puntos fijos (5.2.2. de UNE - EN 689) (10.6.) debe elegirse un lugar de muestreo adecuado.

**6.4.** Se pone en marcha la bomba y se controla la duración del muestreo. El caudal no debe exceder de 200 ml/min, recomendándose un volumen de muestreo de 20 litros (véase [tabla 1 del anexo A](#)).

**6.5.** Se anotan el caudal, la hora de comienzo y final de la toma de muestra, así como la temperatura, humedad y presión barométrica del aire.

**6.6.** Finalizado el muestreo, se desconecta la bomba, se retiran los tubos de muestreo y se cierran los extremos con los tapones de polietileno. Se etiqueta convenientemente cada tubo.

**6.7.** Por cada lote de muestras debe adjuntarse un tubo blanco de muestra del mismo lote que los utilizados en el muestreo y sometido a las mismas manipulaciones, excepto que no se ha pasado aire a su través.

**6.8.** Las muestras se enviarán lo antes posible al laboratorio, pudiendo almacenarse a temperatura ambiente. El análisis habrá de realizarse dentro de los 14 días siguientes a la toma de muestra (véase [tabla 4 del anexo A](#)).



## 7. PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS

### 7.1. Condiciones cromatográficas

Unas condiciones típicas de trabajo para el cromatógrafo de gases equipado según se indica en los apartados 5.2.2. y 5.2.3. serían las siguientes:

Temperatura del inyector:	230 °C
Temperatura del horno:	100 °C
Temperatura del detector:	250 °C
Gas portador Helio:	(división flujo 1/100)

### 7.2. Análisis cromatográfico

#### 7.2.1. Calibración

La concentración de los patrones de calibración deberá ser tal que la concentración de las muestras a analizar se encuentre siempre dentro del intervalo que abarcan los patrones.

Para efectuar la calibración se analizan cada una de las disoluciones patrón preparadas según el apartado 4.3.2.2.3., por triplicado y en las mismas condiciones descritas para las muestras (véase 7.2.3.).

Para cada concentración y cada hidrocarburo se calcula la relación de áreas (RA) como el cociente entre el área media del hidrocarburo (A) y la del patrón interno ( $A_{\text{patrón interno}}$ ). Estos promedios de áreas corresponden a las tres inyecciones mencionadas.

Se establece la ecuación de regresión lineal, para cada hidrocarburo, representando la concentración frente al cociente de áreas correspondiente RA:

$$c = b (RA) + a$$

donde:

c es la concentración de hidrocarburo expresada en  $\mu\text{g/ml}$  de disolución de desorción,

b es la pendiente,

RA es el cociente de áreas ( $A/A_{\text{patrón interno}}$ ),

a es la ordenada en el origen.

**NOTA:** Una vez comprobado que la curva de calibración es lineal en todo el intervalo de aplicación del método, podría utilizarse la calibración a un solo nivel de concentración, sin que sea necesario repetir la calibración multinivel cada vez que se analiza.

## 7.2.2. Preparación de muestras y blancos

Se hace una muesca enfrente de la primera sección del tubo de carbón y se rompe el tubo. Se saca y se desecha la lana de vidrio. Se transfiere la primera sección del tubo de carbón a un vial y, se añade 1 ml de disolución de desorción (4.3.1.) cerrándolo inmediatamente. Se agita el vial ocasionalmente durante un periodo de 30 minutos para asegurarse de que la desorción sea completa. Se repite el mismo procedimiento para la segunda sección de carbón utilizando otro vial.

## 7.2.3. Análisis de las muestras

Se inyecta 1 µl de las disoluciones resultantes de la desorción de las dos partes del tubo de carbón preparadas según el apartado 7.2.2. en el cromatógrafo de gases y se calcula la relación de áreas RA (7.2.1.) correspondientes a los picos del cloruro de bencilo y del 1,2-diclorobenceno.

Extrapolando estos valores de RA en la ecuación de la recta de calibrado establecida en 7.2.1. obtendremos la concentración de los hidrocarburos en µg/ml de disolución de desorción.

## 7.3. Determinación de la eficacia de desorción

La eficacia de desorción de los hidrocarburos aromáticos clorados puede variar con el tipo y lote de carbón utilizado, siendo necesario calcularla para cada lote de carbón en el intervalo de aplicación del método.

Para calcular dicha eficacia se han adicionado 2 µl de la disolución primaria (B) (4.3.2.1.2.) y 1, 2 y 4 µl de la disolución primaria (A) (4.3.2.1.) a:

- 6 viales que contienen 1 ml de disolución de desorción (4.3.1.). Estos viales se tratan como patrones y
- 6 tubos que contienen 100 mg de carbón. Se guardan refrigeradas durante toda la noche para asegurar la completa adsorción, y se desorben con 1 ml de disolución desorbente de desorción de la forma descrita en el apartado 7.2.2. Estos tubos se tratan como muestras.

Las cantidades adicionadas a cada tubo y vial representan, aproximadamente, 1/10 VL, 1/2 VL, 1 VL y 2 VL para un volumen de muestreo de 20 litros.

Tanto los tubos tratados como los viales tratados como patrones se analizan de la forma descrita en el apartado 7.2.3.

A partir de los resultados obtenidos se obtiene el valor de la eficacia de desorción (ED) mediante la siguiente expresión:

$$ED = \frac{C_m}{C_p}$$

donde:

$C_m$  es la concentración media de cada hidrocarburo en µg/ml obtenida del análisis de los tubos tratados como muestras (7.3.).

$C_p$  es la concentración media de cada hidrocarburo en µg/ml en los patrones (7.3.).

De acuerdo con los datos de la [tabla 2 del anexo A](#), la eficacia de desorción para cada hidrocarburo puede considerarse constante en todo el intervalo de aplicación del método e igual a 0,969 para el cloruro de bencilo y 0,898 para el 1,2-diclorobenceno.

Se recomienda calcular dicho valor en cada laboratorio, no utilizándose aquellos tubos cuya eficacia de desorción sea inferior a 0,750 (UNE - EN 1076) (10.7.).

## 8. CÁLCULOS

### 8.1. Determinación de la cantidad de hidrocarburo presente en la muestra

Una vez determinada la concentración de hidrocarburo en la disolución de desorción (7.2.3.) y teniendo en cuenta el valor de la eficacia de desorción obtenido según el [apartado 7.3.](#), se calcula la cantidad de hidrocarburo, en miligramos, presente en la muestra, mediante la siguiente expresión:

$$m_s = \frac{c_1 + c_2}{ED} \times \frac{V_d}{1000}$$

donde:

$m_s$  es la cantidad de hidrocarburo presente en la muestra en mg

$c_1$  es la concentración de hidrocarburo en  $\mu\text{g/ml}$  en la sección frontal del tubo de muestreo,

$c_2$  es la concentración de hidrocarburo en  $\mu\text{g/ml}$  en la sección posterior del tubo de muestreo,

ED es la eficacia de desorción,

$V_d$  es el volumen de disolución de desorción en ml.



## 8.2. Determinación de la concentración de hidrocarburo en el aire muestreado

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

$$C = \frac{m_s}{V}$$

donde:

C es la concentración de hidrocarburo en el aire muestreado en  $\text{mg/m}^3$ ,

$m_s$  es la cantidad total de hidrocarburo presente en la muestra en mg,

V es el volumen de aire muestreado en  $\text{m}^3$ .

Si se desea obtener la concentración de cada hidrocarburo expresada en mililitros por metro cúbico de aire (ppm), se aplica la siguiente expresión:

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

donde:

C es la concentración de hidrocarburo en el aire muestreado en  $\text{mg/m}^3$ ,

P es la presión del aire muestreado en KPa ( $10^3 \text{ N/m}^2$ ),

T es la temperatura del aire muestreado en  $^{\circ}\text{C}$ ,

M es el peso molecular de cada hidrocarburo en  $\text{g/mol}$



## 9. PRECISIÓN

La precisión del método, estimada en términos de coeficiente de variación a partir de los datos intralaboratorio obtenidos con muestras captadas en atmósferas de hidrocarburos aromáticos clorados de concentraciones conocidas, es inferior a 4% en todo el intervalo de aplicación del método (tabla 3 del anexo A).



## 10. BIBLIOGRAFÍA

1. UNE EN 482. Atmósferas en el lugar de trabajo. Requisitos generales relativos al funcionamiento de los procedimientos para la medición de agentes químicos.
2. 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.](#)
3. Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo. [Límites de exposición profesional para Agentes Químicos en España 2001-2002.](#) Ministerio de Trabajo y Asuntos Sociales.
4. [Real Decreto 363/1995](#) <sup>(1)</sup> 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).
5. UNE EN 1232. Atmósferas en el lugar de trabajo. Bombas para muestreos personales de agentes químicos.

6. UNE EN 689. Atmósferas en el lugar de trabajo. Directrices para la evaluación de la exposición por inhalación de agentes químicos para la comparación con los valores límite y estrategia de la medición.
7. UNE EN 1076. Atmósferas en el lugar de trabajo. Tubos adsorbentes para la determinación de gases y vapores captados mediante bombeo. Requisitos y métodos de ensayo.
8. National Institute for Occupational Safety and Health. Manual of Analytical. Methods. 4ª ed. Method 1003.
9. Occupational Safety and Health Agency. Organics Methods Evaluation. Method 7.



## ANEXO A: Resultados de la validación del método

Los datos obtenidos durante el proceso de validación del método, para la determinación de cloruro de bencilo y 1,2-diclorobenceno, siguiendo los criterios indicados en el protocolo de validación para vapores orgánicos captados en un adsorbente sólido mediante un sistema activo (10.2.), están recogidos en las tablas 1, 2, 3 y 4 de este anexo.

**NOTA:** Debido al bajo valor del VLA-ED del cloruro de bencilo, ha sido necesario utilizar tolueno como compuesto auxiliar para controlar la estabilidad de la atmósfera.

### A.1 Volumen de ruptura (tabla 1)

La determinación del volumen de ruptura ( $V_R$ ) se ha llevado a cabo haciendo pasar el aire contaminado, procedente de una atmósfera de ensayo, a través de la primera sección de un tubo de carbón activo a un caudal de 0,2 l/min.

1. La atmósfera de ensayo utilizada en el cálculo del  $V_R$  para la mezcla de los hidrocarburos ha sido generada inyectando una disolución que contiene aproximadamente 65 µg/ml de cloruro de bencilo y 1.227 µg/ml 1,2-diclorobenceno a un caudal de inyección de 0,34 µl de disolución por minuto en una corriente de aire que fluye aproximadamente a 2 l/min.
2. La atmósfera de ensayo utilizada en el cálculo del  $V_R$ , para la mezcla de los hidrocarburos y el tolueno, ha sido generada inyectando una disolución que contiene aproximadamente 11 µg/ml de cloruro de bencilo, 263 µg/ml 1,2-diclorobenceno y 684 µg/ml de tolueno a un caudal de inyección de 2 µl de disolución por minuto en una corriente de aire que fluye aproximadamente a 2 l/min.

### A.2 Eficacia de desorción (tabla 2)

La determinación de la eficacia de desorción se ha llevado a cabo siguiendo el procedimiento descrito en el apartado 7.3.

### A.3 Influencia de la concentración y de la humedad relativa de la atmósfera (tabla 3)

Las muestras utilizadas para el estudio de la influencia de la concentración y de la humedad relativa de la atmósfera se han captado a 0,2 l/min durante 100 minutos, en atmósferas de ensayo generadas a 4 niveles de concentración que cubren el intervalo de aplicación del método y humedades relativas de aproximadamente 20% y 80%.

Estas atmósferas se han generado a partir de diferentes disoluciones, inyectando cada una de ellas de forma continuada a un caudal de inyección de 0,4 µl de disolución /min en una corriente de aire que fluye aproximadamente a 2 l/min.

### A.4 Conservación de las muestras (tabla 4)

Para establecer las condiciones ambientales de conservación y el tiempo que las muestras pueden permanecer almacenadas antes de ser analizadas, se han captado un total de 18 muestras en la misma atmósfera indicada en la tabla 3, para la concentración más alta y a una humedad relativa del 80%.

**Tabla 1**  
**Volumen de ruptura  $V_R$  obtenido a partir de una mezcla**

Compuesto	$H_R$ (%)	C (mg/m <sup>3</sup> )	$Q_{TM}$ (l/min)	$V_R$ (l)
1,2-Diclorobenceno	84,0	226,12	0,200	>40
Cloruro de bencilo		11,88		>40
1,2-Diclorobenceno	81,3	264,08	0,19	>46
Cloruro de bencilo		11,16		>46
Tolueno		687,15		38

$C$  es la concentración generada en la atmósfera de ensayo,

$H_R$  es la humedad relativa de la atmósfera de ensayo,

$Q_{TM}$  es el caudal de toma de muestra,

$V_R$  es el volumen de ruptura. (Véase definición en el capítulo 2).

**Tabla 2**  
**Eficacia de desorción (ED)**

Compuesto	C <sub>p</sub> (µg/ml)	C <sub>m</sub> (µg/ml)	n	CV (%)	ED
1,2-Diclorobenceno	253,80	223,50	6	1,32	0,881
	1192,00	1105,50	6	1,48	0,927
	2362,90	2095,80	6	0,55	0,887
	4831,00	4330,20	6	0,49	0,896
Cloruro de bencilo	10,22	10,18	6	2,79	0,996
	54,00	52,63	6	2,24	0,975
	107,80	102,40	6	0,68	0,950
	219,00	209,30	6	1,06	0,956

C<sub>p</sub> es la concentración media de cada hidrocarburo en µg/ml en los patrones (7.3.),

C<sub>m</sub> es la concentración media de cada hidrocarburo en µg/ml obtenida del análisis de los tubos tratados como muestras (7.3.),

n es el número de determinaciones,

CV es el coeficiente de variación,

ED es la eficacia de desorción media.

**Tabla 3**  
**Muestreo /Análisis - Datos Intralaboratorio**

Compuesto	H <sub>R</sub> (%)	C <sub>A</sub> (mg/m <sup>3</sup> )	C <sub>R</sub> (mg/m <sup>3</sup> )	CV (%)	SESGO (%)	IG (%)
1,2-Diclorobenceno	21,5	226,91	209,82	0,38	-7,53	8,29
Cloruro de bencilo		11,17	10,24	0,83	-8,32	9,98
1,2-Diclorobenceno	21,0	113,25	105,69	0,67	-6,67	8,01
Cloruro de bencilo		6,03	5,53	1,39	-8,29	11,07
1,2-Diclorobenceno	22,1	58,92	56,98	2,27	-3,29	7,83
Cloruro de bencilo		2,85	2,64	2,75	-7,37	12,87
1,2-Diclorobenceno	22,5	12,85	12,25	2,70	-4,67	10,07
Cloruro de bencilo		0,312	0,288	2,24	-7,69	12,17
1,2-Diclorobenceno	80,0	225,81	210,13	1,02	-6,94	8,98
Cloruro de bencilo		11,34	10,49	1,29	-7,49	10,07
1,2-Diclorobenceno	77,4	110,38	103,32	1,58	-6,40	9,56
Cloruro de bencilo		5,56	5,02	1,39	-9,71	12,49
1,2-Diclorobenceno	81,5	61,33	57,47	1,71	-6,29	9,71
Cloruro de bencilo		2,99	2,78	2,27	-7,02	11,56
1,2-Diclorobenceno	80,4	12,62	12,81	0,98	+1,50	3,46
Cloruro de bencilo		0,423	0,392	3,14	-7,33	13,61

C<sub>A</sub> es la concentración generada en la atmósfera de ensayo,

C<sub>R</sub> es la concentración media recuperada de los tubos de carbón activo analizados al día siguiente a su captación,

H<sub>R</sub> es la humedad relativa de la atmósfera de ensayo,

C<sub>V</sub> es el coeficiente de variación,

SESGO es el sesgo relativo expresado como  $100 \times |C_R - C_A| / C_A$ ,

IG es la incertidumbre global (UNE EN 482) (10.1.), expresada en porcentaje, por una combinación del sesgo y de la precisión, mediante la expresión:

$$\frac{|C_R - C_A| + 2s}{C_A} \times 100$$

**Tabla 4**

## Estudio de estabilidad de las muestras

Compuesto	Días	T <sup>a</sup>	C <sub>RF</sub> (t días) (mg/m <sup>3</sup> )	CV (%)	Dif (%)
1,2-Diclorobenceno	7 días	ambiente	208,81	0,97	-0,63
Cloruro de bencilo			9,92	0,72	-5,43
1,2-Diclorobenceno	14 días	ambiente	217,51	1,15	3,51
Cloruro de bencilo			10,09	1,41	-3,81

**C<sub>RF</sub> (t días)** es la concentración media recuperada en la 1ª parte del tubo analizado al cabo de t días desde la toma de muestra,

**CV** es el coeficiente de variación,

**Dif** es la diferencia en porcentaje entre la concentración media recuperada de los tubos, analizados al cabo de t días y analizados al día siguiente a la captación,

**T<sup>a</sup>** es la temperatura de almacenamiento de las muestras.

**Nota:** Las muestras utilizadas para el estudio de estabilidad fueron captadas en una atmósfera de ensayo con 80% de humedad relativa. Las concentraciones medias recuperadas de los tubos de carbón en las muestras analizadas al día siguiente a la captación fueron: 210,13 mg/m<sup>3</sup> para 1,2-diclorobenceno y 10,49 mg/m<sup>3</sup> para cloruro de bencilo.

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

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