

# Determinación de acetonitrilo en aire - Método de adsorción en carbón activo / Cromatografía de gases

MTA/MA - 055/A04

NIPO 211-05-026-0

*Palabras clave: Acetonitrilo, aire, cromatografía de gases.*

## Índice

### 1. OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

### 2. DEFINICIONES

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 acetonitrilo presente en la muestra

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

### 9. PRECISIÓN

## 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 acetonitrilo 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 para vapores orgánicos captados en un adsorbente sólido mediante un sistema activo" del INSHT (10.2.) se ha validado el método para la toma de muestra y análisis de acetonitrilo en aire, en un intervalo de concentraciones de:

6,86 mg/m<sup>3</sup> a 145 mg/m<sup>3</sup> de acetonitrilo en aire

que corresponden aproximadamente a la décima parte y al doble del valor límite ambiental de exposición diaria (VLA- ED) (10.3.), para muestras de 4 litros de aire captadas a un caudal entre 0,05 y 0,2 l/min. Los datos de validación se incluyen en el [anexo A](#).

Este método también se podría utilizar en intervalos más amplios de concentraciones que los indicados anteriormente. En cualquier caso, el límite superior del intervalo útil dependerá de la capacidad de adsorción del carbón activo utilizado, que se determina en función del volumen de ruptura calculado (véase [apartado 2](#) y [Tabla 1 del anexo A](#)), mientras que el límite inferior depende de una serie de factores tales como los blancos de muestra y reactivos, la eficacia de desorción y el 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 acetonitrilo en aire en muestreos personales y en lugares fijos, puede ser utilizado para realizar mediciones cuyos resultados vayan a ser comparados con los valores límite y para realizar mediciones periódicas (4.5. y 4.6. de UNE EN 482) (10.1.). También podría utilizarse para llevar a cabo mediciones para la evaluación aproximada de la concentración media ponderada en el tiempo (4.2. de UNE EN 482).



## 2. DEFINICIONES

### 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 (10.1.).

### 2.3. Precisión

Es el grado de concordancia entre los resultados obtenidos aplicando el método repetidas veces bajo condiciones determinadas (10.1.).

### 2.4. Incertidumbre global

Es una cantidad que combina el sesgo y la precisión que se utiliza para caracterizar, como un todo, la incertidumbre del resultado dado por un procedimiento de medida (10.1.).



## 3. FUNDAMENTO DEL MÉTODO

Las muestras de acetonitrilo en aire se obtienen haciendo pasar, con la ayuda de una bomba de muestreo personal, un volumen de aproximadamente 4 litros de aire a través de un tubo relleno de carbón activo, quedando los vapores adsorbidos sobre el carbón.

El acetonitrilo se desorbe con 1 ml de una disolución de diclorometano que contiene 50 µl de metanol y 1 µl de 1-hexanol, como patrón interno, por ml de disolución. La disolución resultante se analiza en un cromatógrafo de gases equipado con detector de ionización de llama. A partir de la masa de acetonitrilo en la muestra se obtiene la concentración ambiental.



## 4. REACTIVOS Y PRODUCTOS

### 4.1. Gases

#### 4.1.1. Hidrógeno purificado

#### 4.1.2. Aire sintético puro

#### 4.1.3. Helio

### 4.2. Reactivos

Todos los reactivos deben ser de calidad analítica.

#### 4.2.1. Acetonitrilo [CH<sub>3</sub>CN] N° Cas-75-05-8.

**NOTA:** SUSTANCIA FÁCILMENTE INFLAMABLE Y TÓXICA. Frases (R) 11-23/24/25. Frases (S) 16-27-45. [Real Decreto 363/1995 \(10.4.\)](#).

#### 4.2.2. Diclorometano [CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>] N° Cas-75-09-2.

**NOTA:** SUSTANCIA NOCIVA. Frases (R) 40. Frases (S) 23-24/25-36/37. [Real Decreto 363/1995 \(10.4.\)](#).

#### 4.2.3. Metanol [CH<sub>3</sub>OH] N° Cas-67-56-1.

**NOTA:** SUSTANCIA FÁCILMENTE INFLAMABLE Y TÓXICA. Frases (R) 11-23/25. Frases (S) 7-16-24-45. [Real Decreto 363/1995 \(10.4.\)](#).

#### 4.2.4. 1-Hexanol (patrón interno) [C<sub>6</sub>H<sub>13</sub>OH] N° Cas 111-27-3

**NOTA:** SUSTANCIA NOCIVA. Frases (R) 22. Frases (S) 24/25. [Real Decreto 363/1995 \(10.4.\)](#).

### 4.3. Disoluciones

**4.3.1. Disolución de desorción:** Es una disolución de diclorometano conteniendo metanol en una concentración de 50 ml/ml de disolución y 1-hexanol, como patrón interno, en una concentración de 1 pl/ml de disolución.

#### 4.3.2. Disoluciones patrón

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

**4.3.2.1.1.** Disolución (A): Se prepara pesando 0,3 ml de acetonitrilo y 1,2 ml de 1-metoxi-2-propanol. La concentración de acetonitrilo es de aproximadamente 159 µg/µl de disolución.

**4.3.2.1.2.** Disolución (B): Se prepara pesando 0,1 ml de la disolución (A) y 0,9 ml de la disolución de desorción. La concentración de acetonitrilo es de aproximadamente 16 µg/µl de disolución.

##### 4.3.2.2. Disoluciones para la calibración

Las mismas disoluciones (A) y (B) descritas en el apartado [4.3.2.1.](#)

**4.3.2.2.1.** Disoluciones patrón para la calibración. Se preparan 9 disoluciones patrón adicionando 1, 2, 3 y 4 µl de la disolución (A) ([4.3.2.1.1.](#)) y 1, 2, 4, 6 y 8 µl de la disolución (B) ([4.3.2.1.2.](#)) a sendos 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: de 16 µg a 624 µg de acetonitrilo por ml de disolución.

Ejemplo: se pesa un vial vacío, se adiciona 1 ml de la disolución de desorción y se vuelve a pesar. A continuación se adiciona 1 µl de disolución (B) y se pesa de nuevo. La concentración de esta disolución patrón será de 16 µg de acetonitrilo 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 efectuadas. Este control gravimétrico mejora la calibración y por ende la calidad de los resultados analíticos, y

evita la necesidad de calibrar el material volumétrico. 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 continuado durante todo el tiempo de muestreo. El caudal de la bomba ha de mantenerse constante dentro de un intervalo  $\pm 5\%$  de su valor nominal (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, capaz de medir el caudal dentro de  $\pm 5\%$  del valor nominal.

**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 sección frontal contiene 100 mg de carbón de 20/40 mallas y la posterior, 50 mg. Entre el extremo de salida del tubo y la sección posterior se coloca una porción de 3 mm de espuma de poliuretano. Delante de la sección frontal se coloca un tapón de lana de vidrio silanizada.

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



### 5.2. Aparatos y material para el análisis

**5.2.1. Cromatógrafo de gases** HP 6890N equipado con inyector automático HP 7863 y detector de ionización de llama o similar.

**5.2.2. Columna cromatográfica** de sílice fundida de 25 m de longitud y 0,2 mm de diámetro interno de FFAR

**5.2.3. Sistema informático 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.

**5.2.7. Balanza** calibrada, para la preparación de los patrones de calibración y capaz de discriminar  $\pm 0,005$  mg en el intervalo de 0-10 mg.



## 6. TOMA DE MUESTRA

**6.1.** Se calibra la bomba con un medidor de caudal, en condiciones representativas de la toma de muestra real, conectada a un tubo de carbón activo del mismo lote que los utilizados en el muestreo (UNE - EN 1232) (10.5.). El caudal de muestreo deberá estar comprendido entre 0,05 y 0,2 l/min, recomendándose un volumen de muestreo de 4 litros (véase [Tabla 1 del anexo A](#)).

**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 (sección posterior) 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 para comenzar el muestreo y se anotan: el caudal, la hora de comienzo y final de la toma de muestra, así como la temperatura, humedad y presión atmosférica del aire.

**6.5.** Finalizado el muestreo, se desconecta la bomba, se retiran los tubos de muestreo, se cierran los extremos con los tapones de

polietileno y se etiqueta convenientemente cada tubo.

**NOTA:** para asegurarse de que el muestreo ha sido satisfactorio, puede utilizarse una bomba de muestreo con indicador de fallo de flujo incorporado, que indica desviaciones del caudal superiores al  $\pm 5$  % del valor nominal del mismo.

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

**6.7.** Las muestras se enviarán lo antes posible al laboratorio, debiendo almacenarse a 4 °C. El análisis habrá de realizarse dentro de los 7 días siguientes a la toma de muestra (véase [Tabla 1 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: 200 °C  
Temperatura del horno: 90 °C  
Temperatura del detector: 230 °C  
Gas portador Helio: (división flujo 1/50)

### 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 4.3.2.2.1.](#), por triplicado y en las mismas condiciones descritas para las muestras (véase [7.2.3.](#)).

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

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

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

donde:

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

b es la pendiente de la curva de calibración,

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

a es la ordenada en el origen de la curva de calibración.

**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 completa cada vez que se analiza.

#### 7.2.2. Preparación de muestras y blancos

Se hace una muesca enfrente de la sección frontal del tubo de carbón y se rompe el tubo. Se saca y se desecha la lana de vidrio. Se transfiere la sección frontal 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 sección posterior de carbón utilizando otro vial.

#### 7.2.3. Análisis de las muestras

Se inyecta 1  $\mu\text{l}$  de las disoluciones resultantes de la desorción de las dos secciones 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.) correspondiente a los picos de acetonitrilo.

Extrapolando estos valores de RA en la ecuación de la recta de calibración establecida en el apartado 7.2.1. obtendremos la concentración de acetonitrilo en µg/ml de disolución de desorción.

Si la sección posterior contiene más del 10 % del total captado en la muestra, se descarta dicha muestra.



### 7.3. Determinación de la eficacia de desorción

La eficacia de desorción del acetonitrilo puede variar con el lote de carbón utilizado, siendo necesario por tanto calcularla para cada lote en el intervalo de aplicación del método.

Para calcular dicha eficacia se han adicionado 2 y 4 µl de la disolución (A) (4.3.2.1.1.) y 2 y 9 µl de la disolución (B) (4.3.2.1.2.) a:

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

Las cantidades adicionadas a cada tubo y vial representan aproximadamente 0,1; 0,5; 1,2 y 2,3 veces el valor límite VLA-ED del acetonitrilo, para un volumen de muestreo de 4 litros.

Tanto los tubos tratados como muestras 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 acetonitrilo en pg/ml obtenida del análisis de los tubos tratados como muestras (7.3.),

$C_p$  es la concentración media de acetonitrilo 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 el acetonitrilo puede considerarse constante en todo el intervalo de aplicación del método e igual a 1,00.

Se recomienda calcular dicho valor en cada laboratorio y no utilizar 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 acetonitrilo presente en la muestra

Una vez determinada la concentración de acetonitrilo 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 acetonitrilo presente en la muestra, en miligramos, mediante la siguiente expresión:

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

donde:

$m_s$  es la cantidad de acetonitrilo presente en la muestra en mg,

$c_1$  es la concentración de acetonitrilo en µg/ml en la sección frontal del tubo de muestreo,

$c_2$  es la concentración de acetonitrilo en µg/ml en la sección posterior del tubo de muestreo,

ED es la eficacia de desorción,

V<sub>d</sub> es el volumen de disolución de desorción en ml.

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

Se calcula la concentración de acetonitrilo 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 acetonitrilo en el aire muestreado en mg/m<sup>3</sup>,

m<sub>s</sub> es la cantidad total de acetonitrilo presente en la muestra en mg,

V es el volumen de aire muestreado en m<sup>3</sup>.

Si se desea obtener la concentración de acetonitrilo 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 acetonitrilo en el aire muestreado en mg/m<sup>3</sup>,

P es la presión del aire muestreado en kPa (10<sup>3</sup> N/m<sup>2</sup>),

t es la temperatura del aire muestreado en °C,

M es el peso molecular de acetonitrilo en g/mol.

24,0 es el volumen molar a 20 °C y 101,3 kPa.

## 9. PRECISIÓN

A partir de los datos del estudio intralaboratorio (véase [Tabla 3 del anexo A](#)), obtenidos con muestras captadas en atmósferas de acetonitrilo de concentraciones conocidas, se calculó la precisión del método en términos de coeficiente de variación, resultando ser inferior al 3% en todo el intervalo de aplicación del método. Del mismo estudio se dedujo que el sesgo del método es en todo caso inferior al 7%.

La incertidumbre global del método, estimada como una combinación de sesgo y precisión según la Norma UNE-EN 482 (10.1.), resultó ser inferior al 9 % en todo el intervalo ensayado.

## 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 2007](#). 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 1606.

## ANEXO A

### Resultados de la validación del método

Los datos obtenidos durante el proceso de validación del método, para la determinación de acetonitrilo 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.

#### 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 a un caudal entre 0,05 y 0,2 l/min.

1. La atmósfera de ensayo utilizada en el cálculo del  $V_R$  para el acetonitrilo ha sido generada inyectando acetonitrilo puro a un caudal de inyección de 0,3  $\mu$ l/min 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 acetonitrilo y 1-metoxi-2-propanol ha sido generada inyectando la disolución patrón (A) ([4.3.2.1.1.](#)), a un caudal de inyección de 1,8  $\mu$ l de disolución/min, 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 y 0,05 l/min durante 20 y 80 minutos, respectivamente, 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 inyectando la disolución patrón (A) de forma continuada, a diferentes caudales de inyección entre 0,09 y 1,8  $\mu$ l 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, en una atmósfera con las mismas características indicadas en la [Tabla 3](#), un total de 18 muestras para la concentración más alta y a una humedad relativa del 80%,

**Tabla 1**  
**Volumen de ruptura  $V_R$  obtenido para el acetonitrilo**

Compuesto	$H_R$ (%)	C (mg/m <sup>3</sup> )	$Q_{TM}$ (l/min)	$V_R$ (l)
Acetonitrilo	82,8	125,06	0,198	10
	77,1	125,13	0,102	11,5

**Volumen de ruptura  $V_R$  obtenido para el acetonitrilo a partir de una mezcla**



Compuesto	H <sub>R</sub> (%)	C (mg/m <sup>3</sup> )	Q <sub>TM</sub> (l/min)	V <sub>R</sub> (l)
Acetonitrilo	80,9	151,83	0,198	7
1-Metoxi-2-propanol		682,42		>24
Acetonitrilo	83,4	146,43	0,103	7
1-Metoxi-2-propanol		658,15		>12

C es la concentración generada en la atmósfera de ensayo,

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

Q<sub>TM</sub> es el caudal de toma de muestra,

V<sub>R</sub> 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
Acetonitrilo	31,879	31,146	6	0,72	0,977
	142,163	142,301	6	0,46	1,001
	309,836	316,223	6	0,74	1,021
	623,067	625,829	5	0,36	1,004

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

C<sub>p</sub> es la concentración media de acetonitrilo en µg/ml en los patrones (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> )	Caudal (l/min)	C <sub>R</sub> (mg/m <sup>3</sup> )	CV (%)	SESGO (%)	IG (%)
Acetonitrilo	21,9	7,33	(0,05-0,20)	6,89	1,25	-6,00	8,50
Acetonitrilo	22,8	32,14	(0,05-0,20)	30,27	1,39	-5,82	8,60
Acetonitrilo	22,6	71,95	(0,05-0,20)	70,54	0,96	-1,96	3,88
Acetonitrilo	22,5	144,99	(0,05-0,20)	140,19	0,96	-3,31	5,23
Acetonitrilo	83,5	6,86	(0,05-0,20)	6,45	1,20	-5,98	8,28
Acetonitrilo	85,2	30,19	(0,05-0,20)	28,45	1,37	-5,76	8,50
Acetonitrilo	83,9	69,60	(0,05-0,20)	69,02	1,41	-0,83	3,65
Acetonitrilo	83,4	141,31	(0,05-0,20)	143,53	2,11	+1,57	5,73

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,

CV es el coeficiente de variación,

SESGO es el sesgo relativo expresado como  $100 \times (CR - CA) / CA$ .

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:

$$\frac{[CR - CA] + 2s}{CA} \times 100$$

**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 (%)
Acetonitrilo	0 días		141,40	0,68	
Acetonitrilo	7 días	ambiente	114,97 (parte A)	1,29	-18,7
			27,04 (parte B)	4,97	
Acetonitrilo	7 días	4 °C	131,35 (parte A)	1,83	-7,10
			7,53 (parte B)	16,11	

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.

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

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

<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