

# Determinación de alcoholes (2-propanol, 2-metil-1-propanol, 1-butanol) en aire - Método de adsorción en carbón activo / Cromatografía de gases

MTA/MA-016/A89

**Palabras clave:** Alcoholes, 2-propanol, 2-metil-1-propanol, 1-butanol, aire, cromatografía de gases.

## PRESENTACIÓN

Los alcoholes son compuestos frecuentemente utilizados en diversos procesos industriales tales como la fabricación de barnices y pinturas, síntesis orgánica, etc. Por esta razón, resulta de interés disponer de un método ensayado y validado para la determinación de vapores de alcoholes en aire, con el fin de poder evaluar la exposición laboral a este tipo de compuestos.

Este método de análisis se ha desarrollado para la determinación específica de este tipo de compuestos en aire, ya que el procedimiento analítico más universalmente aceptado para la determinación de vapores orgánicos en aire, que incluye la utilización de sulfuro de carbono como disolvente de desorción, da lugar a recuperaciones muy bajas de estos compuestos del carbón activo. Para el estudio y evaluación del método, se ha considerado como compuestos representativos de esta familia orgánica el 2-propanol, el 2-metil-1-propanol y el 1-butanol.

El método "*Determinación de alcoholes (2-propanol, 2-metil-1-propanol, 1-butanol) 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 UE 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

### 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 muestras

#### 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 aire exhalado

## 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 glicol éteres presentes en ambientes laborales en unos intervalos de concentración de:

109 mg/m<sup>3</sup> a 1940 mg/m<sup>3</sup> de 2-Propanol (Nº CAS 67-63-0)

16 mg/m<sup>3</sup> a 320 mg/m<sup>3</sup> de 2-Metil-1-propanol (Nº CAS 78-83-1)

17 mg/m<sup>3</sup> a 320 mg/m<sup>3</sup> de 1-Butanol (Nº CAS 71-36-3)

en muestras de cinco 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 glicol éteres en aire, mediante la utilización de equipos de muestreo de bajo caudal, tanto en toma de muestras 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.

Otra interferencia a tener en cuenta es la humedad que influye negativamente en la recuperación de los alcoholes del carbón activo ([véase nota del apartado 7.4](#), [anexo A](#) y [anexo C](#)).

### 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

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 una solución que contiene el 5% (V/V) de 2-butanol en sulfuro de carbono ([10.1](#)) y se analiza la disolución resultante en un cromatógrafo de gases equipado con detector de ionización de llama.

Se obtiene la 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 serán de calidad analítica como mínimo.

#### 4.2.1. 2-Propanol (Isopropanol)

**NOTA:** EXTREMADAMENTE INFLAMABLE, MUY TOXICO. Frases (R) 11. Frases (S) 7-16. Real Decreto 2216/1985 (10.2).

#### 4.2.2. 2-Metil-1-propanol (Isobutanol)

**NOTA:** SUSTANCIA NOCIVA. Frases (R) 10-20. Frases (S) 16. Real Decreto 2216/1985 (10.2).

#### 4.2.3. 1-Butanol (n-butanol)

**NOTA:** SUSTANCIA NOCIVA. Frases (R) 10-20. Frases (S) 16. Real Decreto 2216/1985 (10.2).

#### 4.2.4. 2-Butanol

**NOTA:** SUSTANCIA NOCIVA. Frases (R) 10-20. Frases (S) 16. Real Decreto 2216/1985 (10.2).

#### 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 TÓXICA. 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 5% (V/V) de 2-butanol en sulfuro de carbono y conteniendo el patrón interno en una concentración de 1µl/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. Disoluciones 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 recubierta de politetrafluoroetileno.

**5.2.2. Cromatógrafo de gases** equipado con detector de ionización de llama capaz de detectar una inyección de 5 ng de 2-butanol 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.** 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.** 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.** 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.** 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 5 litros (véase tabla 1 del anexo A.)



**6.5.** Anotar y registrar los tiempos, temperaturas, humedad (véase nota en 7.4), caudal y presión barométrica antes y después de la toma de muestra.



6.6. 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. 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. Las muestras deben almacenarse refrigeradas y analizarse dentro de los siete 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. Inyección

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 las analitos de interés y del patrón interno.

### 7.4. Determinación de la eficacia de desorción

La eficacia de desorción de los vapores de glicol éteres 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.

**NOTA:** En los estudios de validación de este método, se ha comprobado que altas humedades ( $H_r > 60\%$ ) durante el muestreo dan lugar a recuperaciones más bajas de estos analitos del carbón activo. En el [anexo C](#) se describe un procedimiento de cálculo de la eficacia de desorción que incluye el paso de aire húmedo a través del tubo de muestreo, que debe ser utilizado para corregir los resultados obtenidos en el análisis de muestras captadas en condiciones de alta humedad.

## 8. CÁLCULOS

### 8.1. Cálculo de la eficacia de desorción

La eficacia de desorción (ED) se calcula en base a 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 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: 0,989 para el isopropanol; 0,997 para el isobutanol y 0,979 para el n-butanol.

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:

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

donde:

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

$\bar{A}$  es el área promedio correspondiente al pico del 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 miligramos por mililitro de cada analito.

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 del analito en mg/ml de disolución desorbente.

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

$A_i$  es el área correspondiente al pico de cada analito.

$A_0$  es el área correspondiente al pico del patrón interno.

$f_i$  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 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 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:

$C_{\text{aire}}$  es la concentración de analito en el aire muestreado en mg/m<sup>3</sup>.

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

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

La concentración de analito en aire, expresada en mililitro 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 (10<sup>3</sup> N/m<sup>2</sup>).

$t$  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 glicol éteres de concentraciones conocidas, es inferior a 6% en todo el intervalo de aplicación del método (véase [tabla 3 del anexo A](#)).

## 10. BIBLIOGRAFÍA

- 10.1. J.F. López Arbeloa y B. Uribe "**Propuesta de un nuevo procedimiento para la recuperación cuantitativa de compuestos orgánicos captados en carbón activo**" XI Congreso Nacional de Medicina, Higiene y Seguridad en el Trabajo. Madrid 1987.
- 10.2. Real Decreto 2216/1985<sup>(1)</sup> de 23-10 (Presid BB.OO. 27-2-85, rect. 9-5-86) "**Reglamento sobre declaración de sustancias nuevas y clasificación, envasado y etiquetado de sustancias peligrosas**". Actualizado por Orden de 9-12-92 (M. Relac. Cortes B.O.E. 17-12-92).
- 10.3. Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo "**Protocolo de validación para vapores orgánicos captados en un adsorbente sólido mediante un sistema activo**" (pendiente de publicación).
- 10.4. Chapman, Linda M. "**Validation of gas and vapour sampling methods under field insult conditions**" Am. Ind. Hyg. Assoc. J. 41, 630 (1980).
- 10.5. National Institute for Occupational Safety and Health. Manual of Analytical Methods. 3ª ed. Methods 1.401 y 1.402

## 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 (10.3).

Tabla 1



Volumen de Ruptura  $V_R$  <sup>(1)</sup>

A.- $V_R$ obtenido para compuesto de forma individual				
Compuesto	C mg/m <sup>3</sup>	H <sub>R</sub> %	Q <sub>TM</sub> (l/min)	V <sub>R</sub> (l)
Isopropanol	2223	80	0,2	10
B.- $V_R$ obtenido para una mezcla de tres compuestos				
Compuesto	C mg/m <sup>3</sup>	H <sub>R</sub> %	Q <sub>TM</sub> (l/min)	V <sub>R</sub> (l)
Isopropanol	1861,00	40	0,2	9,3
Isobutanol	290,50			24,0
n-Butanol	291,80			41,0
Isopropanol	1842,00	59	0,2	9,0
Isobutanol	287,60			21,5
n-Butanol	288,70			40,5
Isopropanol	1904,00	80	0,2	7,2
Isobutanol	298,50			--
n-Butanol	293,00			--
Isopropanol	1838,80	87	0,2	6,0
Isobutanol	285,03			11,0
n-Butanol	288,70			26,6
C.- $V_R$ obtenido para una mezcla de cuatro componentes				
Compuesto	H <sub>R</sub> %	C mg/m <sup>3</sup>	Q <sub>TM</sub> (l/min)	V <sub>R</sub> (l)
Etanol	2096,0	41	0,1	4,15
Isopropanol	2085,0			5,70
Isobutanol	288,3			21,00
n-Butanol	291,2			23,50
Etanol	2196,6	57	0,1	3,75
Isopropanol	2108,6			5,00
Isobutanol	291,4			17,00
n-Butanol	294,5			25,00
Etanol	2080,0	90	0,1	2,85
Isopropanol	2069,0			3,75
Isobutanol	286,0			13,00
n-Butanol	289,0			14,00

(1) Véase definición en [apartado 2](#)

H<sub>R</sub> Humedad relativa

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

Compuesto	C (mg)	C <sub>R</sub> <sup>(1)</sup> (mg)	ED	s	CV (%)
Isopropanol	0,3013	0,2938	0,975	0,026	2,67
	1,5067	1,5007	0,996	0,006	0,60
	2,4450	2,4083	0,985	0,017	1,72
	2,9183	3,0000	1,028	0,017	1,65
	6,0580	5,9429	0,981	0,011	1,12
	9,6240	9,3353	0,970	0,018	1,86
Isobutanol	0,0466	0,0473	1,015	0,017	1,67
	0,2330	0,2442	1,048	0,029	2,77
	0,4000	0,4008	1,002	0,018	1,80
	0,4751	0,4784	1,007	0,020	2,00
	0,8990	0,8451	0,940	0,028	2,98
	1,5020	1,4569	0,970	0,005	0,51
n-Butanol	0,0470	0,0476	1,013	0,029	2,86
	0,2347	0,2328	0,992	0,017	1,71
	0,4020	0,3940	0,980	0,017	1,73
	0,4522	0,4536	1,003	0,006	0,60
	0,9053	0,8392	0,927	0,027	2,91
	1,5090	1,4501	0,961	0,006	0,62

(1) El nº demuestras en cada experiencia ha sido de 3

C Cantidad de compuesto añadida a 100 mg de carbón expresado en mg

C<sub>R</sub> Cantidad de compuesto recuperada, expresada en mg

ED Eficacia de desorción media

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

Compuesto <sup>(1)</sup>	H <sub>R</sub> %	C <sub>A</sub> <sup>(2)</sup>	C <sub>R</sub> <sup>(2)</sup>	R	s	CV %
Isopropanol	36	1934,26	1883,97	0,974	0,0305	3,13
Isobutanol		311,78	309,28	0,992	0,0071	0,71
n-Butanol		313,14	307,82	0,983	0,0057	0,58
Isopropanol	36	975,26	952,83	0,977	0,0149	1,52
Isobutanol		157,20	152,80	0,972	0,0164	1,69
n-Butanol		157,88	151,72	0,961	0,0173	1,80
Isopropanol	36	554,37	533,30	0,962	0,0077	0,80
Isobutanol		89,84	86,69	0,965	0,0113	1,17

n-Butanol		89,08	84,89	0,953	0,0043	0,45
Isopropanol	36	109,81	104,87	0,955	0,0125	1,31
Isobutanol		16,28	16,30	1,001	0,0104	1,04
n-Butanol		17,23	17,83	1,035	0,0281	2,71
Isopropanol	60	1934,26	1835,61	0,949	0,0256	2,70
Isobutanol		311,78	294,01	0,943	0,0285	3,02
n-Butanol		313,14	296,23	0,946	0,0235	2,48
Isopropanol	60	975,26	917,72	0,941	0,0129	1,37
Isobutanol		157,20	147,61	0,939	0,0143	1,52
n-Butanol		157,88	145,88	0,924	0,0114	1,23
Isopropanol	60	561,75	564,88	0,971	0,0222	2,29
Isobutanol		94,28	90,22	0,957	0,0112	1,17
n-Butanol		93,47	88,14	0,943	0,0159	1,69
Isopropanol	60	109,81	103,88	0,946	0,0367	3,88
Isobutanol		16,28	16,13	0,991	0,0434	4,38
n-Butanol		17,23	17,61	1,022	0,0608	5,95

C<sub>A</sub>: Concentración de cada contaminante expresada en mg/m<sup>3</sup>, generada en la atmósfera.

C<sub>R</sub>: Concentración media recuperada de cada contaminante expresada en mg/m<sup>3</sup>.

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

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

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

**Tabla 4**  
**Estudio de la estabilidad de las muestras**

Compuesto <sup>(1)</sup>	t <sup>(2)</sup> días	C <sub>R</sub> <sup>(3)</sup> mg/m <sup>3</sup>	R	s	CV %
Isopropanol	0	1725,91	0,934	0,0095	1,02
Isobutanol		266,79	0,952	0,0096	1,01
n-Butanol		275,91	0,945	0,0150	1,59
Isopropanol	7	1673,44	0,906	0,0130	1,43
Isobutanol		257,30	0,918	0,0100	1,09
n-Butanol		264,19	0,905	0,0106	1,17
Isopropanol	14	1589,16	0,860	0,0260	3,02
Isobutanol		242,41	0,865	0,0144	1,66
n-Butanol		247,38	0,848	0,0225	2,65
Isopropanol	21	1514,96	0,820	0,0010	1,22
Isobutanol		228,18	0,814	0,0090	1,11

n-Butanol	234,50	0,804	0,0080	0,99
-----------	--------	-------	--------	------

- (1): Concentraciones de alcoholes en la atmósfera: isopropanol 1847,27 mg/m<sup>3</sup>, isobutanol 280,18 mg/m<sup>3</sup>, n-butanol 291,77 mg/m<sup>3</sup>. La humedad relativa de la atmósfera ha sido 60%
- (2): Las muestras han estado almacenadas refrigeradas y analizadas al cabo de un tiempo t.
- (3) El número de muestras por experiencias ha sido de tres

**Tabla 5**  
**Estudio de la estabilidad de muestras adicionadas**

Compuesto <sup>(1)</sup>	t <sup>(2)</sup> días	C <sub>R</sub> <sup>(3)</sup> mg/m <sup>3</sup>	R	s	CV %
Isopropanol	0	8,811	0,986	0,0040	0,40
Isobutanol		1,373	0,992	0,0035	0,35
n-Butanol		1,413	0,980	0,0042	0,43
Isopropanol	7	9,023	1,033	0,0330	3,19
Isobutanol		1,390	1,003	0,0290	2,89
n-Butanol		1,427	0,989	0,0310	3,13
Isopropanol	14	8,665	0,970	0,0050	0,51
Isobutanol		1,329	0,960	0,0090	0,94
n-Butanol		1,363	0,945	0,0100	1,06
Isopropanol	21	8,649	0,968	0,0020	0,21
Isobutanol		1,326	0,958	0,0070	0,73
n-Butanol		1,363	0,945	0,0080	0,85

- (1). Las cantidades adicionadas a cada muestra han sido: 8,936 mg de isopropanol; 1,385 mg de isobutanol; 1,442 mg de n-butanol.
- (2). Las muestras han estado refrigeradas y analizadas al cabo de un tiempo t.
- (3). El número de muestras por experiencias ha sido de dos.

## ANEXO B

### DESARROLLO DE UNA CURVA DE CALIBRADO

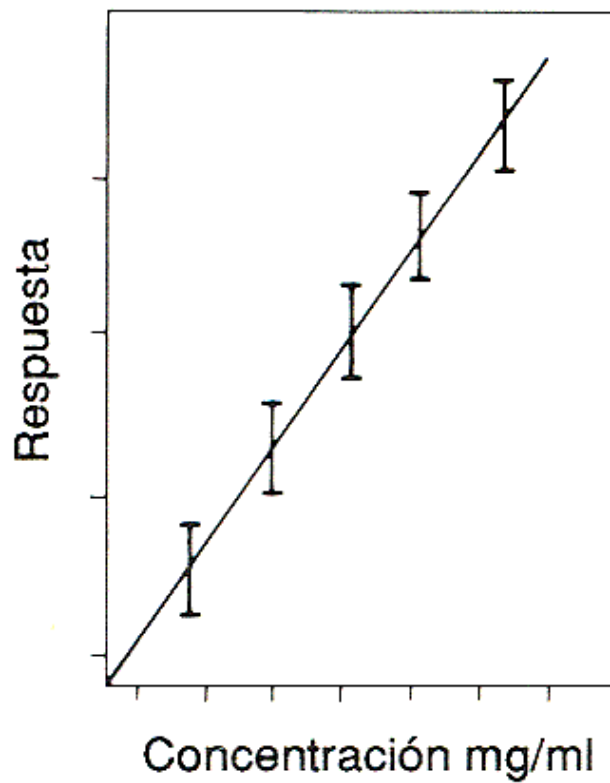
En este anexo se describe el procedimiento a seguir para el desarrollo de una curva de calibrado y control de la estabilidad de la misma a lo largo del tiempo.

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  $\pm 2$  desviaciones típicas, frente a las concentraciones en mg/ml de cada analito.

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



### ANEXO C CALCULO DE LA EFICACIA DE DESORCIÓN CON HUMEDAD

Se describe en este anexo el procedimiento a seguir para el cálculo de la eficacia de desorción, según un método dinámico, que estudia el efecto del contenido de vapor de agua en el aire muestreado en la recuperación de los glicol éteres del carbón activo.

Para calcular dicha eficacia de desorción, se inyectan lentamente mediante una microjeringa de precisión, alícuotas conocidas de los analitos de interés en los tapones de lana de Vidrio que preceden a las primeras secciones de carbón, de al menos tres tubos de muestreo (5.1.2). Cada tubo muestra se conecta a una bomba de muestreo (5.1.1), según se especifica en el apartado 6.2, y se hace pasar aire en las mismas condiciones referentes a temperatura, humedad relativa, caudal y volumen de muestreo que las medidas durante la captación de las muestras. Paralelamente, debe prepararse un tubo en blanco de la misma manera que los tubos muestra excepto que no se le ha añadido contaminante. Asimismo, se preparan un mínimo de tres patrones inyectando el mismo volumen de contaminantes en 1 ml de disolución desorbente, con la misma microjeringa utilizada en la preparación de las muestras.

Tanto los tubos muestra, como el blanco, se desorben con 1 ml de disolución desorbente de la forma descrita en 7.1, analizándose dichas disoluciones, así como la disoluciones patrón de la misma manera que se ha descrito en el apartado 7.3. La eficacia de desorción se calcula por comparación de la cantidad recuperada en las muestras con la cantidad encontrada en los patrones, es decir como se especifica en el apartado 8.1.

En la tabla siguiente se recogen los datos obtenidos en el cálculo de la eficacia de desorción de alcoholes para una concentración de aproximadamente el límite de exposición.

**TABLA**  
**Eficacia de desorción de alcoholes**

Compuesto	C (mg)	Hr %	ED <sup>(1)</sup>	s	CV (%)
Isopropanol	4,9176	90	0,835	0,0255	3,05
Isobutanol	0,7711		0,936	0,0136	1,45
n-Butanol	0,7850		0,889	0,0273	3,07

C Cantidad de compuesto añadida al tubo de carbón expresado en mg

ED Eficacia de desorción media

Hr Humedad relativa

<sup>(1)</sup> El número de muestras en cada experiencia ha sido de seis

---

# ADENDA

## Revisión normativa

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

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

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](mailto:cnvminsht@mtas.es)