

Determinación de cetonas (acetona, metil etil cetona, metil isobutil cetona) en aire - Método de adsorción en gel de sílice / Cromatografía de gases

MTA/MA-031/A96

Palabras clave: cetonas, acetona, metil isobutil cetona, metil etil cetona, aire, cromatografía de gases.

PRESENTACIÓN

En operaciones industriales, las cetonas encuentran su mayor utilización como disolventes para una amplia variedad de operaciones, como materiales puros o intermedios en síntesis orgánicas y para usos especiales principalmente en perfumes. Pueden encontrarse en la fabricación de explosivos, lacas, barnices, cosméticos, industria farmacéutica, industria del cuero, etc, por lo que se hace necesario disponer de un método ensayado y validado para la determinación de cetonas en aire con el fin de poder evaluar la exposición laboral a este tipo de compuestos.

Con la captación de los vapores de cetonas en carbón activo/desorción con disolvente/cromatografía de gases, método tradicionalmente utilizado, se producen sensibles pérdidas de analito durante el almacenamiento, posiblemente debidas a una oxidación catalítica y/o quimisorción, que hacen necesaria la puesta a punto de un método de toma de muestra y análisis alternativo.

El método "*Determinación de cetonas (acetona, metil etil cetona, metil iso butil cetona) - Método de adsorción en gel de sílice/ 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 DEL MÉTODO

4. REACTIVOS Y PRODUCTOS

4.1. Gases

4.2. Reactivos

4.3. Disoluciones

5. APARATOS Y MATERIAL

5.1. Aparatos y material para la toma de muestra

5.2. Aparatos y material para el análisis

6. TOMA DE MUESTRA

7. PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS

7.1. Preparación de muestras y blancos

7.2. Calibración

7.3. Inyectar una alícuota

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 describen en este método el procedimiento a seguir y el equipo necesario para la captación en tubo de gel de sílice y análisis por cromatografía de gases, de vapores en aire de cualquier mezcla de cetonas presentes en ambientes laborales en unos intervalos de concentración de:

| | |
|--|--|
| 130 mg/m ³ a 2570 mg/m ³ | de acetona (N° CAS 67-64-1) |
| 58 mg/m ³ a 1150 mg/m ³ | de metil etil cetona (N° CAS 78-93-3) |
| 21 mg/m ³ a 440 mg/m ³ | de metil isobutil cetona (N° CAS 108-10-1) |

en muestras de un litro 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 gel de sílice 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 cetonas 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 gel de sílice, 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 gel de sílice, mediante una bomba de muestreo personal, que dando los vapores orgánicos adsorbidos sobre el la gel de sílice. Posteriormente se desorben N,N' dimetilformamida 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. Acetona

NOTA: SUSTANCIA FÁCILMENTE INFLAMABLE. Frases (R) 11. Frases (S) 9-16-23-33. [Real Decreto 363/1995 \(10.2\)](#).

4.2.2. Metil etil cetona

NOTA: SUSTANCIA INFLAMABLE E IRRITANTE. Frases (R) 11-36/37. Frases (S) 9-16-25-33. [Real Decreto 363/1995 \(10.2\)](#).

4.2.3. Metil isobutil cetona

NOTA: SUSTANCIA FÁCILMENTE INFLAMABLE. Frases (R) 11. Frases (S) 9-16-23-33. [Real Decreto 363/1995 \(10.2\)](#).

4.2.4. Ciclohexanona

NOTA: SUSTANCIA NOCIVA. Frases (R) 10-20. Frases (S) 25. [Real Decreto 363/1995 \(10.2\)](#).

4.2.5. N,N'-Dimetilformamida

NOTA: SUSTANCIA TÓXICA. Frases (R) 61-20/21-36 Frases (S) 53-45. [Real Decreto 363/1995 \(10.2\)](#).

4.3. Disoluciones

4.3.1. Disolución desorbente:

 1 ml de N,N' dimetilformamida

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 gel de sílice (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 gel de sílice separadas por una porción de espuma de poliuretano de 2 mm. La primera sección contiene 150 mg de gel de sílice 20/40 mallas y la segunda, 75 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 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 tolueno con una relación señal-ruido de al menos 5 a 1.

5.2.3. Columna cromatográfica de sílice fundida de 50 m de longitud y 0,23 mm de diámetro interno, empaquetada con metil silicona 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 cartón justo antes de comenzar el muestreo. Conectar la bomba al tubo de gel de sílice 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 gel de sílice 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 0,05 ml/min recomendándose un volumen de muestra de 1 litro (véase tabla 1 de Anexo A).



6.5. Anotar y registrar los tiempos, temperatura, 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 catorce días siguientes a su captación (véase tabla 4 del Anexo A).

7. PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS

7.1. Preparación de muestras y blancos

Añadir 1 ml de la disolución desorbente (4.3.1.) a un tubo roscado y cerrarlo inmediatamente. Hacer una muesca en el tubo de gel de sílice enfrente de la primera sección de gel de sílice y romper el tubo. Se saca y se desecha la lana de vidrio. Añadir la primera sección de gel de sílice al tubo con la disolución desorbente y volver a cerrar. Agitar el tubo ocasionalmente durante un período de 120 minutos para asegurarse que la desorción sea máxima y la disolución estable. Repetir el mismo procedimiento para la segunda sección de gel de sílice utilizando otro tubo roscado.

7.2. Calibración

7.2.1. Calibración a un nivel de concentración. La disolución patrón se prepara por triplicado según el apartado 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 el apartado 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 al área entre el pico del analito (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 | 250 °C |
| Temperatura del horno | 60 °C |
| Temperatura del detector | 300 °C |
| Gas portador nitrógeno | división flujo 1/100 |
| Hidrógeno | 40 ml/min |
| Aire sintético | 300 ml/min |

7.3.2. Inyectar una alícuota de 1 a 5 µl tanto de las disoluciones resultantes de las desorciones del tubo de gel de sílice (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 cetonas puede variar con el tipo y lote de gel de sílice usado, siendo necesario calcularla para cada lote de gel de sílice 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 150 mg de gel de sílice (primera sección de un tubo de muestreo) para cubrir el intervalo de aplicación del método. Una vez adicionados los contaminantes a los tubos de gel de sílice, 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 gel de sílice (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.

La eficacia de desorción para cada uno de los contaminantes objeto de este método puede considerarse que es constante en todo su intervalo de aplicación (véase la tabla 2 del Anexo A).

Se recomienda calcular dichos valores en cada laboratorio, no utilizándose aquellos tubos cuya eficacia de desorción sea inferior a 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:

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

donde:

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

\bar{A} es el área promedio correspondiente a cada analito o patrón interno en las disoluciones patrón.

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

$$c_i = A_i F_R$$

donde:

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

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

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 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 cetonas de concentraciones conocidas, es inferior a 5% en todo el intervalo de aplicación del método (véase tabla 3 del anexo A).

10. BIBLIOGRAFÍA

- 10.1. Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo "**Protocolo de validación para la determinación de gases y vapores orgánicos en un adsorbente sólido mediante un sistema activo**" MTA/PV - I/90
- 10.2. Real Decreto 363/1995⁽¹⁾ de 10 de marzo (BOE 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 19.9.95)
- 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. Elskamp C, J. "**An Alternate Sampling and Analytical Method for 2-Butanone**" Am. Ind. Hyg. Asso. J. 44 (3): 201-204 (1983).
- 10.5. Rudling, J. "**Storage stability of organic solvent adsorbed on activated carbon**" Am. Occup. Hyg. Vol. 30 n°- 3 pp 319-327, (1986).

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

| A. V_R obtenido para compuesto de forma Individual | | | | |
|--|------------------------|---------|---------------------|--------------|
| Compuesto | C mg/m ³ | Hr % | Q_{TM} (l/min) | V_R (l) |
| Acetona | 2605,74 | 77 | 0,051 | 1,9 |
| Metil etil cetona | 1162,79 | 77 | 0,113 | 2,7 |
| Metil isobutil cetona | 468,11 | 80 | 0,116 | 3,6 |
| Ciclohexanona | 209,44 | 82 | 0,116 | 4,9 |

| B. V_R obtenido para una mezcla de cuatro compuestos | | | | |
|--|------------------------|---------|---------------------|--------------|
| Compuesto | C mg/m ³ | Hr % | Q_{TM} (l/min) | V_R (l) |
| Acetona | 2533,93 | 81 | 0,119 | 1,5 |
| Metil etil cetona | 1135,49 | | | 2,0 |
| Metil isobutil cetona | 434,59 | | | 2,5 |
| Ciclohexanona | 204,19 | | | 4,3 |

| | | | | |
|-----------------------|---------|----|-------|-------|
| Acetona | 2533,93 | 81 | 0,051 | 1,6 |
| Metil etil cetona | 1135,49 | | | 2,0 |
| Metil isobutil cetona | 434,59 | | | 2,5 |
| Ciclohexanona | 204,19 | | | > 3,5 |

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

Hr Humedad relativa.

Q_{TM} caudal de toma de muestra

V_R volumen de ruptura. Véase definición en [apartado 2](#).

Tabla 2
Eficacia de desorción (ED) de cetonas

| COMPUESTO | C mg | CR mg | CV % | ED |
|-----------------------|--------|--------|------|-------|
| Acetona | 0,1420 | 0,1471 | 0,81 | 1,036 |
| | 0,2366 | 0,2337 | 1,15 | 0,988 |
| | 0,4902 | 0,5068 | 2,97 | 1,034 |
| | 1,2256 | 1,2733 | 3,45 | 1,039 |
| | 1,8884 | 1,7864 | 1,72 | 0,946 |
| | 2,5180 | 2,5809 | 3,13 | 1,025 |
| | 5,0360 | 5,0910 | 2,59 | 1,011 |
| Metil etil cetona | 0,0635 | 0,0669 | 1,17 | 1,054 |
| | 0,1038 | 0,1038 | 1,80 | 1,000 |
| | 0,1921 | 0,1986 | 2,37 | 1,034 |
| | 0,4803 | 0,4966 | 3,66 | 1,034 |
| | 0,8462 | 0,8140 | 1,57 | 0,962 |
| | 0,9720 | 0,9972 | 3,92 | 1,026 |
| | 1,9490 | 1,9860 | 1,45 | 1,019 |
| Metil isobutil cetona | 0,0243 | 0,0253 | 2,59 | 1,045 |
| | 0,0401 | 0,0402 | 1,95 | 1,003 |
| | 0,6370 | 0,6500 | 1,72 | 1,021 |
| | 0,0805 | 0,0846 | 3,42 | 1,051 |
| | 0,2012 | 0,2088 | 3,56 | 1,038 |
| | 0,3135 | 0,3269 | 2,57 | 1,043 |
| | 0,3239 | 0,3206 | 1,50 | 0,990 |

C Cantidad de compuesto añadida a 150 mg de gel de sílice.

C_R Cantidad de compuesto recuperada, expresada en mg.

CV coeficiente de variación

ED Eficacia de desorción media (véase [7.4](#). y [8.1](#)).

Tabla 3
Muestreo /Análisis - Datos Intralaboratorio

| COMPUESTO | H _R % | CA mg/m ³ | CR mg/m ³ | CV % | SESGO % |
|-----------------------|---------------------|-------------------------|-------------------------|---------|------------|
| Acetona | 84 | 129,90 | 119,25 | 1,38 | -8,20 |
| Metil etil cetona | | 57,80 | 53,98 | 1,67 | -6,61 |
| Metil isobutil cetona | | 22,18 | 21,03 | 3,47 | -5,18 |
| Acetona | 78 | 587,88 | 581,41 | 1,82 | -1,10 |
| Metil etil cetona | | 259,85 | 254,39 | 1,55 | -2,10 |
| Metil isobutil cetona | | 99,25 | 93,79 | 2,63 | -5,50 |
| Acetona | 80 | 1221,68 | 1280,32 | 1,95 | +4,80 |
| Metil etil cetona | | 547,45 | 543,62 | 1,74 | -0,70 |
| Metil isobutil cetona | | 209,52 | 201,56 | 2,16 | -3,80 |
| Acetona | 77 | 2565,83 | 2493,99 | 2,63 | -2,80 |
| Metil etil cetona | | 1149,78 | 1118,74 | 2,64 | -2,70 |
| Metil isobutil cetona | | 440,06 | 427,74 | 3,32 | -2,80 |
| Acetona | 1 | 131,28 | 122,48 | 2,68 | -6,70 |
| Metil etil cetona | | 58,41 | 55,43 | 3,30 | -5,10 |
| Metil isobutil cetona | | 22,42 | 21,28 | 2,92 | -5,08 |
| Acetona | 1 | 587,88 | 582,00 | 2,84 | 1,00 |
| Metil etil cetona | | 259,85 | 256,21 | 2,66 | -1,40 |
| Metil isobutil cetona | | 99,25 | 96,27 | 3,25 | -3,00 |
| Acetona | 1 | 1209,98 | 1171,26 | 1,31 | -3,20 |
| Metil etil cetona | | 535,09 | 531,88 | 1,83 | -0,60 |
| Metil isobutil cetona | | 204,35 | 196,99 | 1,48 | -3,60 |
| Acetona | 1 | 2565,83 | 2632,54 | 3,31 | +2,60 |
| Metil etil cetona | | 1149,78 | 1164,73 | 3,54 | +1,30 |
| Metil isobutil cetona | | 440,06 | 429,50 | 4,50 | -2,40 |

C_A Concentración de compuesto generada en la atmósfera.

C_R Concentración media recuperada de cada compuesto. Cada resultado es promedio de, al menos, 5 muestras analizadas

$$\text{Sesgo} = [(C_R - C_A)/C_A] \times 100$$

CV coeficiente de variación

H_R humedad relativa de la atmósfera

Tabla 4
Estudio de estabilidad de las muestras

| FECHA ANÁLISIS | TEMPERATURA | COMPUESTO | CR mg/m ³ | CR' mg/m ³ | CV % | DIF. % |
|----------------|-------------|-----------------------|-------------------------|--------------------------|---------|-----------|
| Inmediato | Ambiente | Acetona | 2493,99 | | 2,63 | |
| | | Metil etil cetona | 1118,74 | | 2,64 | |
| | | Metil isobutil cetona | 427,74 | | 3,32 | -0,71 |

| | | | | | | |
|----------------|-------------|-----------------------|---------|--------|------|-------|
| 3 días (envío) | Ambiente | Acetona | 2426,51 | 49,78 | 2,84 | |
| | | Metil etil cetona | 1102,64 | | 2,64 | -1,43 |
| | | Metil isobutil cetona | 422,46 | | 2,79 | -1,23 |
| 7 días | Ambiente | Acetona | 2355,00 | 188,20 | 1,40 | +3,98 |
| | | Metil etil cetona | 1112,99 | | 1,37 | -0,51 |
| | | Metil isobutil cetona | 416,30 | | 2,09 | -2,67 |
| | Refrigerada | Acetona | 2517,08 | | 1,56 | +0,93 |
| | | Metil etil cetona | 1115,29 | | 1,94 | -0,31 |
| | | Metil isobutil cetona | 418,50 | | 2,58 | -2,16 |
| 14 días | Ambiente | Acetona | 2252,67 | 391,57 | 1,47 | +6,02 |
| | | Metil etil cetona | 1086,83 | 36,93 | 1,70 | -0,45 |
| | | Metil isobutil cetona | 414,54 | | 2,85 | -3,08 |
| | 4°C | Acetona | 2529,91 | | 3,26 | +1,44 |
| | | Metil etil cetona | 1122,18 | | 2,77 | +0,31 |
| | | Metil isobutil cetona | 425,10 | | 2,63 | -0,62 |

C_R concentración media recuperada en la 1ª parte del tubo. Cada resultado es promedio de 5 ó 6 muestras analizadas, según los casos.

$C_{R'}$ concentración media recuperada en la 2ª parte del tubo. Cada resultado es promedio de 5 o 6 muestras analizadas, según los casos.

DIF. Diferencia porcentual con respecto al análisis inmediato.

NOTA - La concentración de cetonas generadas en la atmósfera fue: acetona 2565,83 mg/m³; metil etil cetona 1149,78 mg/m³; metil isobutil cetona 440,06 mg/m³. La humedad relativa de la atmósfera fue de 77%.

ANEXO B DESARROLLO DE UNA CURVA DE CALIBRADO

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

Para el desarrollo de la misma, se preparan cinco disoluciones de calibración de los analitos de interés que cubran el intervalo de concentraciones de aplicación del método.

- Analizar los patrones en las mismas condiciones que las muestras. Se recomienda un mínimo de seis inyecciones.
- Calcular para cada concentración y analito el promedio de las respuestas obtenidas y la desviación típica correspondiente. Las curvas de calibración se construyen representando los intervalos de los valores promedios ± 2 desviaciones típicas, frente a las concentraciones en mg/ml de cada analito.
- Comprobar diariamente la curva de calibrado mediante el análisis de uno de los patrones de calibración. El valor obtenido para cada analito debe encontrarse dentro del intervalo asociado a ese patrón.

ADENDA

Revisión normativa

⁽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

[Advertencia](#)

© INSHT