

Determinación de cetonas II en aire. Método de adsorción en gel de sílice / Cromatografía de gases

MTA/MA - 052/A02

Palabras clave: cetonas, óxido de mesitilo, ciclohexanona, 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. Preparación de muestras y blancos

7.2. Calibración

7.3. Análisis cromatográfico

7.4. Determinación de la eficacia de desorción

8. CÁLCULOS

8.1. Determinación de la concentración de cetona presente en la disolución de desorción

8.2. Cálculo de la eficacia de desorción

8.3. Determinación de la cantidad de cetona presente en la muestra

9. PRECISIÓN

10. BIBLIOGRAFÍA

ANEXO A: INFORMACIÓN DE LOS RESULTADOS DE LA VALIDACIÓN DEL MÉTODO

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 óxido de mesitilo y ciclohexanona presentes en los lugares de trabajo, mediante la captación en tubo de gel de sílice 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 óxido de mesitilo y ciclohexanona, en intervalos de concentración de

6,04 mg/m³ a 118,48 mg/m³ de óxido de mesitilo (Nº CAS 141-79-7)

9,73 mg/m³ a 187,83 mg/m³ de ciclohexanona (Nº CAS 108-94-1)

que corresponden a 1/10 VLA-ED y 2 VLA-ED (10.3.), para muestras de 2 litros de aire captadas a 0,1 l/min. Los datos de 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 de la gel de sílice utilizada, que se establece en función del volumen de ruptura (véase apartado 2 y tabla 1 del anexo), mientras que el límite inferior depende de una serie de factores tales como: blancos de muestra y de 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 óxido de mesitilo y ciclohexanona 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.) (10.2.).



3. FUNDAMENTO DEL MÉTODO

Para la determinación de concentraciones en aire de óxido de mesitilo y ciclohexanona, se hace pasar un volumen conocido de aire a través de un tubo relleno de gel de sílice, mediante una bomba de muestreo personal, quedando los vapores adsorbidos sobre la gel de sílice. Las cetonas se desorben con acetato de etilo. La disolución resultante se analiza en un cromatógrafo de gases equipado con detector de ionización de llama y se determina la masa de cada cetona presente en la muestra.

A partir de la masa de cada cetona presente 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. Óxido de Mesitilo $\text{CH}_3\text{-CO-CH=C(CH}_3)_2$ (CAS 141-79-7)

NOTA: SUSTANCIA NOCIVA. Frases (R) 10-20/21/22. Frases (S) 25. Real Decreto 363/1995 ⁽¹⁾ (10.4.).

4.2.2. Ciclohexanona $\text{C}_6\text{H}_5\text{CO}$ (CAS 108-94-1)

NOTA: SUSTANCIA NOCIVA. Frases (R) 10-20. Frases (S) 25. Real Decreto 363/1995 ⁽¹⁾ (10.4.).

4.2.3 Acetato de Etilo $\text{CH}_3\text{-COOC}_2\text{H}_5$ (CAS 141-78-6)

NOTA: SUSTANCIA FÁCILMENTE INFLAMABLE. Frases (R) 11. Frases (S) 16-23-29-33. Real Decreto 363/1995 ⁽¹⁾ (10.4.).

4.3. Disoluciones

4.3.1. Disolución de desorción: acetato de etilo.

4.3.2. Disoluciones patrón

4.3.2.1. Disolución patrón (A): Se prepara pesando 2 ml de óxido de mesitilo y 3 ml de ciclohexanona. La concentración de esta disolución es de aproximadamente 350 $\mu\text{g}/\mu\text{l}$ de óxido de mesitilo y 570 $\mu\text{g}/\mu\text{l}$ de ciclohexanona.

4.3.2.2. Disolución patrón (B): Se prepara pesando 1 ml de la disolución patrón (A) (4.3.2.1.) y 9 ml de disolución de desorción (4.3.1.). La concentración de esta disolución es de aproximadamente 35 $\mu\text{g}/\mu\text{l}$ de óxido de mesitilo y 57 $\mu\text{g}/\mu\text{l}$ de ciclohexanona.

4.3.2.3. Disolución patrón (C): Se prepara pesando 0,1 ml de la disolución patrón (A) (4.3.2.1.) y 9,9 ml de disolución de desorción (4.3.1.). La concentración de esta disolución es de aproximadamente 3,5 $\mu\text{g}/\mu\text{l}$ de óxido de mesitilo y 5,7 $\mu\text{g}/\mu\text{l}$ de ciclohexanona.

4.3.3. Disoluciones patrón (D) para la calibración a un nivel de concentración. Se pesan 6 viales vacíos, se les adiciona 1 ml de la disolución de desorción (4.3.1.) y se vuelven a pesar. A continuación se adiciona a cada vial el mismo volumen de la disolución de calibración (B) (4.3.2.2.) o (C) (4.3.2.3.) y se pesan de nuevo. La concentración se debe expresar en $\mu\text{g}/\text{ml}$.

NOTA: Por ejemplo, para el análisis de muestras equivalentes a una concentración de 0,1 VL, se preparan 6 disoluciones patrón, adicionando y pesando 3 μl de la disolución de calibración (C) (4.3.2.3.) de la forma descrita anteriormente. La concentración media de estas disoluciones patrón es equivalente a 10 $\mu\text{g}/\text{ml}$ de óxido de mesitilo y 17 $\mu\text{g}/\text{ml}$ de ciclohexanona.

4.3.4. Disolución patrón (E) para la calibración multinivel.

De la forma descrita en el apartado 4.3.3., se preparan 8 disoluciones patrón adicionando 3, 5 y 8 µl de la disolución de calibración (C) (4.3.2.3.) y 1, 2, 4, 8 y 10 µl de la disolución de calibración (B) (4.3.2.2.) a viales con 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. Dichas concentraciones se deben expresar en µg/ml de disolución de desorción.

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 gel de sílice se utilizará una tubería 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 un medidor de flujo primario (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 posición vertical en la zona de respiración del trabajador.

5.2. Aparatos y material para el análisis

5.2.1. Viales de boca ancha, de 2 ml de capacidad, con tapones de sellado de aluminio y junta de politetrafluoroetileno/goma roja.

5.2.2. Cromatógrafo de gases equipado con detector de ionización de llama.

5.2.3. Columna cromatográfica de sílice fundida de 25 m de longitud y 0,2 mm de diámetro interno de FFAP.

5.2.4. Integrador electrónico u otro sistema equivalente para la medida de las áreas de los picos.

6. TOMA DE MUESTRA

6.1. Se calibra la bomba conectada a un tubo del mismo lote que los utilizados en el muestreo, utilizando un medidor primario de caudal (UNE EN 1232) (10.4.).

6.2. Se rompen los dos extremos del tubo de gel de sílice 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 100 ml/min, recomendándose un volumen de muestreo de 2 litros (tabla 1 del anexo).

6.5. Se anotan el caudal y 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. Con cada lote de muestra debe prepararse un tubo blanco de muestra, del mismo lote que los utilizados en el muestreo y sometidos 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 ser almacenadas a temperatura ambiente. El análisis se deberá realizar dentro de los 14 días siguientes a su captación (véase [tabla 4](#) del anexo A).

7. PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS

7.1. Preparación de muestras y blancos

Se hace una muesca enfrente de la primera sección del tubo de gel de sílice y se rompe el tubo. Se saca y se desecha la lana de vidrio. Se transfiere la primera sección del tubo de gel de sílice 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 máxima. Se repite el mismo procedimiento para la segunda sección de gel de sílice utilizando otro vial.

7.2. Calibración

7.2.1. **Calibración a un nivel de concentración.** Las disoluciones patrón preparadas según el apartado 4.3.3. se analizan, en las mismas condiciones que las muestras. Se calcula el factor de respuesta de cada cetona mediante la expresión:

$$F_R = \frac{c}{A}$$

donde:

c es la concentración media de cada cetona en µg/ml adicionada a las disoluciones patrón,

A es el área media correspondiente al pico de cada cetona en las disoluciones patrón.

7.2.2. **Calibración multinivel.** Cada una de las disoluciones patrón preparadas según el apartado 4.3.4. se analizan por triplicado en las mismas condiciones que las muestras. Se calcula para cada concentración y cada cetona la media de las áreas obtenidas. Se representan en una gráfica estos valores frente a las concentraciones en µg/ml para cada cetona.

7.3. Análisis cromatográfico

7.3.1. **Condiciones cromatográficas.** Las condiciones típicas de trabajo para el cromatógrafo de gases equipado según se indica en los apartados 5.2.2. y 5.2.3. son las siguientes:

- Temperatura del inyector: 230 °C
- Temperatura del horno: 60 °C
- Temperatura del detector: 250 °C
- Gas portador Helio: (división flujo 1/40)

7.3.2. **Se inyecta una alícuota** de 1 µl tanto de las disoluciones resultantes de la desorción de las dos partes del tubo de gel de sílice (7.1.) como de las disoluciones patrón en el cromatógrafo de gases. Se determina el área del pico del óxido de mesitilo y de la ciclohexanona.

7.4. Determinación de la eficacia de desorción

La eficacia de desorción de las cetonas puede variar con el tipo y lote de gel de sílice utilizada, siendo necesario calcularla para cada lote de gel de sílice en el intervalo de aplicación del método.

Para calcular dicha eficacia de desorción en el intervalo de aplicación del método, se han adicionado 3 µl de la disolución de calibración (C) (4.3.2.3.), 2, 4 y 8 µl de la disolución de calibración (B) (4.3.2.2.) y 1 µl de la disolución de calibración (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

- a 6 tubos que contienen 150 mg de gel de sílice. 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 (7.1.). Estos tubos se tratan como muestras.

Las cantidades adicionadas a cada tubo y vial representan aproximadamente 1/10 VL, 1/2 VL, 1 VL, 2 VL y aproximadamente 3 VL.

Tanto los tubos tratados como muestras como los viales tratados como patrones, se analizan de la forma descrita en el apartado 7.3.

8. CÁLCULOS

8.1. Determinación de la concentración de cetona presente en la disolución de desorción

La concentración en microgramos por mililitro de cada cetona, en las disoluciones de desorción de cada sección del tubo de muestreo, se determina por uno de los dos procedimientos que se indican a continuación:

8.1.1. A partir del factor de respuesta obtenido en la calibración a un nivel de concentración (véase 7.2.1.) mediante la expresión:

$$c_i = A_i \times F_R$$

donde:

c_i es la concentración de cada cetona en $\mu\text{g/ml}$ de disolución de desorción,

A_i es el área correspondiente al pico de cada cetona en la muestra,

F_R es el factor de respuesta de cada cetona.

8.1.2. A partir de la calibración multinivel (véase 7.2.2.), se lee la concentración en microgramos por mililitro correspondiente a cada sección del tubo de muestreo en la curva de calibración.

8.2. Cálculo de la eficacia de desorción

La eficacia de desorción (ED) se ha calculado mediante la siguiente expresión:

$$ED = \frac{c_m}{c_p}$$

donde:

c_m es la concentración media de cada cetona en $\mu\text{g/ml}$ obtenida del análisis de los tubos tratados como muestras (7.4.),

c_p es la concentración media de cada cetona en $\mu\text{g/ml}$ en los patrones (7.4.).

De acuerdo con los datos de la tabla 2 del anexo A, la eficacia de desorción para cada cetona podrá considerarse constante en todo el intervalo de aplicación del método e igual a 1,000 para el óxido de mesitilo y 0,948 para la ciclohexanona.

Se recomienda calcular dicho valor en cada laboratorio, no utilizándose aquellos tubos cuya eficacia de desorción en porcentaje sea inferior al 75% (ED = 0,75).

8.3. Determinación de la cantidad de cetona presente en la muestra

Una vez determinada la concentración de analito en la disolución de desorción, se calcula la cantidad en mg de cetona en el tubo de muestreo, mediante la siguiente expresión:

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

donde:

m_s es la cantidad de analito presente en la muestra, en mg,

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

c_2 es la concentración de analito 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.



8.4. Determinación de la concentración de cetona en el aire muestreado

Se calcula la concentración de cada cetona 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 cetona en el aire muestreado en mg/m^3 ,

m_s es la cantidad total de cetona presente en la muestra, en mg,

V es el volumen de aire muestreado en m^3 .

La concentración de cada cetona 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:

C es la concentración de cetona en el aire muestreado en mg/m^3 ,

P es la presión del aire muestreado en KPa (10^3 N/m^2),

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

M es el peso molecular de cada cetona en g/mol.



9. PRECISIÓN

La precisión del método, estimada en términos de coeficiente de variación, calculado a partir de los datos intralaboratorio de muestras captadas en atmósferas de cetonas de concentraciones conocidas, es inferior a 6% 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](#) ⁽¹⁾ 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. National Institute for Occupational Safety and Health. Manual of Analytical . Methods. 4ªed. Method 1301.
8. National Institute for Occupational Safety and Health. Manual of Analytical . Methods. 4ªed. Method 1300.
9. Occupational Safety and Health Agency. Organics Methods Evaluation. Method 1.



ANEXO A: INFORMACIÓN DE LOS RESULTADOS DE LA VALIDACIÓN DEL MÉTODO

La validación del método para la determinación de óxido de mesitilo y ciclohexanona se ha llevado a cabo siguiendo los criterios indicados en el protocolo de validación para vapores orgánicos captados en un adsorbente sólido mediante un sistema activo (10.2.).

Los datos obtenidos durante el proceso de validación 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 gel de sílice a diferentes caudales de muestreo.

1. La atmósfera de ensayo utilizada en el cálculo del V_R para el óxido de mesitilo ha sido generada inyectando el compuesto de forma continuada a un caudal de inyección de 0,3 μl de óxido de mesitilo/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 ciclohexanona ha sido generada inyectando el compuesto de forma continuada a un caudal de inyección de 0,5 μl de ciclohexanona/min, en una corriente de aire que fluye aproximadamente a 2 l/min.
3. Las atmósferas de ensayo utilizadas en el cálculo del V_R para las mezclas de cetonas han sido generadas inyectando la disolución patrón (A) (4.3.2.1.) a un caudal de inyección de 0,7 μl 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 7.4.

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 ([tabla 3](#)), se han captado a 0,1 l/min durante 20 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 la disolución patrón (A) (4.3.2.1.), inyectándola de forma continuada y a diferentes caudales de inyección en una corriente de aire que fluye aproximadamente a 2 l/min.

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

Las muestras utilizadas para determinar el tiempo que pueden estar almacenadas antes de ser analizadas, han sido captadas en la misma atmósfera de ensayo que se indica en la [tabla 3](#) para la concentración más alta (equivalente a 2 VLA-ED para cada cetona) y una humedad relativa del 79,8%.

Tabla 1
Volumen de ruptura V_R obtenido de forma individual

Compuesto	H_R (%)	C (mg/m^3)	Q_{TM} (l/min)	V_R (l)
Óxido de Mesitilo	83,7	130,54	0,2	5,0
			0,1	5,2
Ciclohexanona	81,5	234,41	0,2	5,6
			82,9	229,92

Volumen de ruptura V_R obtenido a partir de una mezcla

Compuesto	H _R (%)	C (mg/m ³)	Q _{TM} (l/min)	V _R (l)
Óxido de Mesitilo	82,7	120,88	0,05	4,0
Ciclohexanona		195,02		5,5
Óxido de Mesitilo	82,9	122,23	0,10	4,7
Ciclohexanona		197,20		5,5
Óxido de Mesitilo	82,5	121,24	0,20	4,7
Ciclohexanona		195,61		6,5

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 _p µg/ml	C _m µg/ml	n	CV (%)	ED
Óxido de Mesitilo	9,87	9,70	6	4,44	0,983
	12,59	12,71	6	5,52	1,009
	61,40	60,57	6	2,08	0,987
	61,99	62,22	6	1,35	1,004
	123,55	122,78	6	1,22	0,994
	123,99	122,47	6	1,47	0,988
	248,15	257,14	4	1,68	1,036
	252,19	254,78	6	0,62	1,010
	344,55	340,89	6	1,75	0,989
Ciclohexanona	15,94	14,99	6	5,87	0,940
	20,28	19,01	6	4,88	0,937
	99,07	91,38	6	2,12	0,922
	99,86	92,78	6	3,91	0,929
	199,32	187,85	6	2,08	0,942
	199,74	191,36	6	1,45	0,958
	400,35	399,33	4	1,47	0,997
	402,29	392,69	6	1,03	0,976
	556,40	524,71	6	1,43	0,943

C_p es la concentración media de cada cetona en µg/ml en los patrones ([7.4.](#)),

C_m es la concentración media de cada cetona en µg/ml obtenida del análisis de los tubos tratados como muestras ([7.4.](#)),

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 _R (%)	C _A (mg/m ³)	C _R (0 días) (mg/m ³)	CVÇ (%)	SESGO (%)	IG (%)
Óxido de Mesitilo	22,1	114,81	107,41	1,31	-6,44	9,06
Ciclohexanona		184,95	173,29	1,45	-6,30	9,20
Óxido de Mesitilo	22,3	54,58	52,02	3,31	-4,69	11,31
Ciclohexanona		87,93	84,66	3,07	-3,72	9,86
Óxido de Mesitilo	22,1	25,99	24,89	2,98	-4,23	10,19
Ciclohexanona		41,86	40,58	3,91	-3,06	10,88
Óxido de Mesitilo	22,4	6,04	6,20	2,86	+2,65	8,37
Ciclohexanona		9,73	9,90	4,26	+1,75	10,27
Óxido de Mesitilo	79,8	118,48	114,02	2,66	-3,76	9,08
Ciclohexanona		187,83	183,22	3,50	-2,45	9,45
Óxido de Mesitilo	80,9	56,86	54,15	2,59	-4,77	9,95
Ciclohexanona		91,04	88,27	4,01	-3,03	11,04
Óxido de Mesitilo	83,0	28,07	26,91	2,36	-4,13	8,85
Ciclohexanona		44,94	43,09	3,31	-4,12	11,74
Óxido de Mesitilo	78,3	6,04	5,91	5,34	-2,15	12,83
Ciclohexanona		9,73	9,79	2,26	+0,62	5,14

C_A es la concentración generada en la atmósfera de ensayo,

C_R es la concentración media recuperada de los tubos de gel de sílice,

H_R es la humedad relativa de la atmósfera de ensayo,

CV es el coeficiente de variación,

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

IG es la incertidumbre global, 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	Fecha	T ^a almacenamiento	C _{RF} (t días) (mg/m ³)	CV (%)	Dif (%)
Óxido de Mesitilo	7 días	Ambiente	111,57	2,52	-2,15
Ciclohexanona			180,77	3,48	+3,76
Óxido de Mesitilo	14 días	Ambiente	112,27	1,83	-1,53
Ciclohexanona			184,52	2,90	-1,76

C_{RF} (t días) es la concentración media recuperada en la 1ª parte del tubo analizado al cabo de t días,

CV es el coeficiente de variación de los resultados correspondientes a la primera parte del tubo,

Dif es la diferencia en porcentaje con respecto a la concentración media recuperada de los tubos de gel de sílice, analizados inmediatamente después de la generación,

T^a es la temperatura de almacenamiento de las muestras.

Nota: Las concentraciones de cetonas generadas en la atmósfera de ensayo han sido: 118,48 mg/m³ de óxido de mesitilo y 187,83 mg/

m³ de ciclohexanona. La humedad relativa ha sido 79,8%.

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

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