

MÉTODOS DE TOMA DE MUESTRAS Y ANÁLISIS

G.R

DETERMINACIÓN DE ACRILATOS (ACRILATO DE ETILO, ACRILATO DE n-BUTILO) EN AIRE. MÉTODO DE ADSORCIÓN EN CARBÓN / CROMATOGRAFÍA DE GASES

MTA / MA – 054/A04



MINISTERIO
DE TRABAJO
Y ASUNTOS SOCIALES



INSTITUTO NACIONAL
DE SEGURIDAD E HIGIENE
EN EL TRABAJO

Organismos participantes en el Programa Nacional de Normalización de Métodos de Toma de Muestra y Análisis:

- Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo
 - Centro Nacional de Condiciones de Trabajo - Barcelona
 - Centro Nacional de Medios de Protección - Sevilla
 - Centro Nacional de Nuevas Tecnologías - Madrid
 - Centro Nacional de Verificación de Maquinaria - Vizcaya
- Gabinete de Seguridad e Higiene de Zaragoza - CA Aragón
- Instituto de Seguridad y Salud Laboral de la Región de Murcia - CA Murcia
- Centro de Seguridad y Salud en el Trabajo de Santander - CA Cantabria
- Instituto Asturiano de Prevención de Riesgos Laborales - CA Asturias

Coordinación:

Centro Nacional de Verificación de Maquinaria - Vizcaya

Edita:

Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo
C/ Torrelaguna, 73 - 28027 MADRID

NIPO: 211-05-005-1
ISBN: 84-7425-690-9
Dep. Legal: M-8794-2005



DETERMINACIÓN DE ACRILATOS (ACRILATO DE ETILO, ACRILATO DE n-BUTILO) EN AIRE - MÉTODO DE ADSORCIÓN EN CARBÓN / CROMATOGRAFÍA DE GASES

Palabras clave: Acrilatos, acrilato de etilo, acrilato de n-butilo, aire, cromatografía de gases.

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 acrilato de etilo y acrilato de n-butilo presentes en los lugares de trabajo, mediante la captación en tubo de carbón activo perlado denominado anasorb 747 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 acrilato de etilo y acrilato de n-butilo, en intervalos de concentración de:

2,96 mg/m³ a 50,66 mg/m³ de acrilato de etilo
1,25 mg/m³ a 24,00 mg/m³ de acrilato de n-butilo

que corresponden aproximadamente a 1/10 VLA-ED y 2 VLA-ED (10.3.), para muestras de 12 litros de aire captadas a 0,2 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 del anasorb 747 utilizado, 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 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 acrilato de etilo y acrilato de n-butilo 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) (10.110.1.). 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. 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 (10.2.).

2.3. Precisión

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

2.4. Incertidumbre global

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

3. FUNDAMENTO DEL MÉTODO

Las muestras de acrilato de etilo y acrilato de n-butilo en aire se obtienen haciendo pasar, con la ayuda de una bomba de muestreo personal, un volumen de 12 litros de aire a través de un tubo lleno de anasorb 747, quedando los vapores adsorbidos sobre el anasorb.

Los acrilatos se desorben con 1 ml de sulfuro de carbono que contiene 1 µl de n-propilbenceno como patrón interno y la disolución resultante se analiza en un cromatógrafo de gases equipado con detector de ionización de llama. A partir de las masas de cada acrilato en la muestra se obtienen las concentraciones ambientales.

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. Acrilato de etilo $[C_5H_8O_2]$ Nº Cas - 140-88-5

NOTA: SUSTANCIA FÁCILMENTE INFLAMABLE Y NOCIVA. Frases (R) 11-20/21/22-36/37/38-43. Frases (S) 9-16-33-36/37. Real Decreto 363/1995 (10.4.).

4.2.2. Acrilato de n-butilo $[C_7H_{12}O_2]$ Nº Cas - 141-32-2.

NOTA: SUSTANCIA IRRITANTE. Frases (R) 10-36/37/38-43. Frases (S) 9. Real Decreto 363/1995 (10.4.).

4.2.3. Tolueno $[C_6H_5 - CH_3]$ Nº Cas - 108-88-3.

NOTA: SUSTANCIA FÁCILMENTE INFLAMABLE Y NOCIVA. Frases (R) 11-20. Frases (S) 16-25-29-33. Real Decreto 363/1995 (10.4.).

4.2.4. Sulfuro de Carbono $[S_2C]$ Nº Cas 75-15-0 debe estar exento de compuestos que coeluyan con los analitos de interés.

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

4.2.5. n-Propilbenceno (patrón interno) $[C_6H_5 - C_2H_5]$ Nº Cas 100-41-4

NOTA: SUSTANCIA IRRITANTE. Frases (R) 10-37. Real Decreto 363/1995 (10.4.).

4.3. Disoluciones

4.3.1. **Disolución de desorción:** de sulfuro de carbono conteniendo el patrón interno en una concentración de 1 $\mu\text{l}/\text{ml}$.

4.3.2. Disoluciones patrón

4.3.2.1. Disoluciones para la determinación de la eficacia de desorción

4.3.2.1.1. **Disolución primaria (A):** Se prepara pesando 0,2 ml de acrilato de etilo y 0,1 ml de acrilato de n-butilo; se afora a 10 ml con tolueno y se pesa. La concentración de esta disolución es de aproximadamente 18 $\mu\text{g}/\text{ml}$ de acrilato de etilo y 9 $\mu\text{g}/\text{ml}$ de acrilato de n-butilo.

4.3.2.1.2. **Disolución primaria (B):** Se prepara pesando 2 ml de acrilato de etilo y 1 ml de acrilato de n-butilo; se afora a 10 ml con tolueno y se pesa. La concentración de esta disolución es de aproximadamente 180 $\mu\text{g}/\text{ml}$ de acrilato de etilo y 90 $\mu\text{g}/\text{ml}$ de acrilato de n-butilo.

4.3.2.2. Disoluciones para la calibración

Las mismas disoluciones primarias (A) y (B) descritas en el apartado 4.3.2.1.

4.3.2.2.1. **Disoluciones patrón para la calibración** Se preparan 8 disoluciones patrón adicionando 1, 2, 3, 5 y 8 μl de la disolución primaria (A) (4.3.2.1.1.) y 1, 2 y 4 μl de la disolución primaria (B) (4.3.2.1.2.) a viales que contienen 1 ml de disolución de desorción (4.3.1.), a fin de obtener disoluciones patrón de concentraciones que cubran el intervalo de aplicación del método: 18 $\mu\text{g}/\text{ml}$ a 720 $\mu\text{g}/\text{ml}$ para el acrilato de etilo y 9 $\mu\text{g}/\text{ml}$ a 360 $\mu\text{g}/\text{ml}$ para el acrilato de n-butilo.

Ejemplo: Se pesa un vial vacío, se le adiciona 1 ml de la disolución de desorción y se vuelve a pesar. A continuación se le adiciona 1 μl de disolución primaria (A) y se pesa de nuevo. La concentración de esta disolución patrón será de 18 μg de acrilato de etilo y 9 μg de acrilato de n-butilo por ml de disolución de desorción.

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

5. APARATOS Y MATERIAL

5.1. Aparatos y material para la toma de muestra

5.1.1. **Bomba de muestreo.** Se requiere una bomba tipo G, capaz de mantener un funcionamiento continuado 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 anasorb se utilizará un tubo de goma o plástico de longitud y diámetro adecuados, a fin de evitar estrangulamientos y fugas en las conexiones.

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

5.1.3. **Tubos de muestreo.** Se utilizarán tubos de vidrio con los dos extremos cerrados a la llama, de 7 cm de longitud, 6 mm de diámetro externo y 4 mm de diámetro interno, conteniendo dos secciones de carbón perlado (anasorb 747) separadas por una porción de espuma de poliuretano de 2 mm. La primera sección contiene 140 mg de anasorb 747 20/40 mallas y la segunda 70 mg.

Entre el extremo de salida del tubo y la segunda sección se coloca una porción de 3 mm de espuma de poliuretano. Delante de la primera sección se coloca un tapón de lana de vidrio silanizada.

Los tubos deberán disponer de tapones de polietileno que ajusten bien, para prevenir fugas durante el transporte y almacenamiento de las muestras. Se dispondrá de algún elemento de sujeción a fin de mantener el tubo de muestreo en posición vertical en la zona de respiración del trabajador.

5.2. Aparatos y material para el análisis

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

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

5.2.3. Sistema de tratamiento de datos ChemStation.

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

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

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

6. TOMA DE MUESTRA

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

6.2. Se rompen los dos extremos del tubo de anasorb 747 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, sujetado a la solapa). La bomba de muestreo se sujetó en el cinturón del trabajador o en su bolsillo. En el caso de muestras en puntos fijos (5.2.2. de UNE - EN 689) (10.6) debe elegirse un lugar de muestreo adecuado.

6.4. Se pone en marcha la bomba y se controla la duración del muestreo. El caudal no debe exceder de 200 ml/min, recomendándose un volumen de muestreo de 12 litros (véase Tabla 1 del anexo A).

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

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

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

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

7. PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS

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

Temperatura del inyector: 230 °C
Temperatura del horno: 80 °C
Temperatura del detector: 250 °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 4.3.2.2.1, por triplicado y en las mismas condiciones descritas para las muestras (véase 7.2.3.).

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

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

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

donde:

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

b es la pendiente,

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

a es la ordenada en el origen.

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

7.2.2. Preparación de muestras y blancos

Se hace una muesca enfrente de la primera sección del tubo de anasorb 747 y se rompe el tubo. Se saca y se desecha la lana de vidrio. Se transfiere la primera sección del tubo de anasorb 747 a un vial y se añade 1 ml de disolución de desorción (4.3.1.) cerrándolo inmediatamente. Se agita el vial ocasionalmente durante un periodo de 30 minutos para asegurarse de que la desorción sea completa. Se repite el mismo procedimiento para la segunda sección de anasorb utilizando otro vial.

7.2.3. Análisis de las muestras.

Se inyecta 1 μ l de las disoluciones resultantes de la desorción de las dos partes del tubo de anasorb 747 preparadas según el apartado 7.2.2. en el cromatógrafo de gases y se calcula la relación de áreas RA (7.2.1.) correspondientes a los picos del acrilato de etilo y acrilato de n-butilo.

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

7.3. Determinación de la eficacia de desorción

La eficacia de desorción de los acrilatos puede variar con el lote de anasorb 747 utilizado, siendo necesario por tanto calcularla para cada lote en el intervalo de aplicación del método.

Para calcular dicha eficacia se han adicionado 1 y 4 μ l de la disolución primaria (A) (4.3.2.1.1.) y 1 y 4 μ l de la disolución primaria (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 patrones, y

- 6 tubos que contienen 140 mg de anasorb 747. 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 muestras.

Las cantidades adicionadas a cada tubo y vial representan aproximadamente 0,07 VL, 0,3 VL, 0,7 VL y 3 VL para un volumen de muestreo de 12 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:

$$ED = \frac{\bar{C}_m}{\bar{C}_p}$$

donde:

\bar{C}_m es la concentración media de cada acrilato en μ g/ml obtenida del análisis de los tubos tratados como muestras (7.3.).

\bar{C}_p es la concentración media de cada acrilato en μ g/ml en los patrones 7.3.).

De acuerdo con los datos de la Tabla 2 del anexo A, la eficacia de desorción para cada acrilato puede considerarse constante en todo el intervalo de aplicación del método, con valores de 0,954 para el acrilato de etilo y de 0,964 para el acrilato de n-butilo.

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 acrilato presente en la muestra

Una vez determinada la concentración de acrilato 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 acrilato 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 presente en la muestra en mg,

c_1 es la concentración de acrilato en μ g/ml en la sección frontal del tubo de muestreo,

c_2 es la concentración de acrilato en μ g/ml en la sección posterior del tubo de muestreo,

ED es la eficacia de desorción,

V_d es el volumen de disolución de desorción en ml.

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

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

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

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

Si se desea obtener la concentración de cada acrilato, 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 acrilato en el aire muestreado en mg/m^3 ,

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

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

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

9. PRECISIÓN

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

10. BIBLIOGRAFÍA

10.1. UNE EN 482. Atmósferas en el lugar de trabajo. Requisitos generales relativos al funcionamiento de los procedimientos para la medición de agentes químicos.

10.2. 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.

10.3. 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.

10.4. Real Decreto 363/1995 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 1 por la Orden de 13.9.95 (BOE de 19.9.95).

10.5. UNE EN 1232. Atmósferas en el lugar de trabajo. Bombas para muestreos personales de agentes químicos.

10.6. 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.

10.7. 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.

10.8. National Institute for Occupational Safety and Health. Manual of Analytical Methods. 4^aed. Method 1450.

10.9. Occupational Safety and Health Agency. Organics Methods Evaluation. Method PV2011.

10.10. DFG. Analyses of hazardous substances in air. Vol 3-pag 35.

ANEXO A

Resultados de la validación del método

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

NOTA: Debido a los bajos valores límite ambientales de ambos acrilatos ha sido necesario utilizar tolueno como compuesto de control para comprobar la estabilidad de la atmósfera.

A.1 Volumen de ruptura (tabla 1)

La determinación del volumen de ruptura (V_R) se ha llevado a cabo haciendo pasar el aire contaminado, procedente de una atmósfera de ensayo, a través de la primera sección de un tubo de anasorb 747 a 0,2 l/min.

La atmósfera de ensayo utilizada en el cálculo del V_R para la mezcla de los acrilatos ha sido generada inyectando la disolución patrón (A) (4.3.2.1.1.) a un caudal de inyección de 4,6 μ 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 durante 60 minutos, en atmósferas de ensayo generadas a 4 niveles de concentración que cubren el intervalo de aplicación del método y humedades relativas de aproximadamente 20% y 80%.

Estas atmósferas se han generado a partir de diferentes disoluciones, inyectando cada una de ellas de forma continua da a un caudal de inyección de 1 μ l de disolución/min en una corriente de aire que fluye aproximadamente a 2,2 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 un atmósfera con las mismas características indicadas en la Tabla 3, un total de 24 muestras para la concentración más alta y a una humedad relativa del 80%, y 12 muestras más para la concentración mas baja y una humedad relativa del 80%.

Tabla 1

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)
Acrilato de etilo	79,7	41,71		19
Acrilato de n-butilo		20,80	0,186	>33
Tolueno		1927,28		22

 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	\bar{c}_p ($\mu\text{g}/\text{ml}$)	\bar{c}_m ($\mu\text{g}/\text{ml}$)	n	CV (%)	ED
Acrilato de etilo	18,25	16,86	6	1,26	0,924
	72,88	69,17	6	0,64	0,949
	186,63	181,32	6	2,08	0,972
	718,10	701,37	6	0,60	0,977
Acrilato de n-butilo	8,93	8,36	6	1,45	0,936
	36,31	34,75	6	0,47	0,957
	91,84	89,91	6	2,35	0,979
	353,97	347,62	6	0,54	0,982

 \bar{c}_m es la concentración media de cada acrilato en $\mu\text{g}/\text{ml}$ obtenida del análisis de los tubos tratados como muestras (7.3.), \bar{c}_p es la concentración media de cada acrilato en $\mu\text{g}/\text{ml}$ 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 _R (%)	C _A (mg/m ³)	C _R (mg/m ³)	CV (%)	SESGO (%)	IG (%)
Acrilato de etilo	23,9	2,96	2,73	1,05	-7,83	9,92
Acrilato de n-butilo		1,25	1,13	1,91	-9,33	13,15
Acrilato de etilo	21,2	12,64	12,18	1,19	-3,65	6,03
Acrilato de n-butilo		6,10	5,76	1,35	-5,55	8,25
Acrilato de etilo	23,7	25,55	24,78	1,40	-3,01	5,80
Acrilato de n-butilo		12,09	11,36	3,13	-6,08	12,34
Acrilato de etilo	23,4	49,20	48,72	0,91	-0,98	2,80
Acrilato de n-butilo		23,31	22,40	1,50	-3,91	6,91
Acrilato de etilo	78,1	3,01	2,72	1,52	-9,63	12,68
Acrilato de n-butilo		1,27	1,15	2,17	-9,19	13,53
Acrilato de etilo	81,5	13,05	11,93	0,96	-8,60	10,51
Acrilato de n-butilo		6,29	5,66	2,36	-9,96	14,67
Acrilato de etilo	80,7	24,68	24,91	1,12	-0,93	3,16
Acrilato de n-butilo		11,68	11,53	1,73	-1,26	4,73
Acrilato de etilo	79,6	50,66	49,98	0,64	-1,34	2,62
Acrilato de n-butilo		24,00	22,83	0,86	-4,89	6,63

C_A es la concentración generada en la atmósfera de ensayo,

C_R es la concentración media recuperada de los tubos de anasorb 747 analizados al día siguiente a su captación,

H_R es la humedad relativa de la atmósfera de ensayo,

CV es el coeficiente de variación,

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

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

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

Tabla 3
Muestreo / Análisis - Datos intralaboratorio

Compuesto	H _R (%)	C _A (mg/m ³)	C _R (mg/m ³)	CV (%)	SESGO (%)	IG (%)
Acrilato de etilo	23,9	2,96	2,73	1,05	-7,83	9,92
Acrilato de n-butilo		1,25	1,13	1,91	-9,33	13,15
Acrilato de etilo	21,2	12,64	12,18	1,19	-3,65	6,03
Acrilato de n-butilo		6,10	5,76	1,35	-5,55	8,25
Acrilato de etilo	23,7	25,55	24,78	1,40	-3,01	5,80
Acrilato de n-butilo		12,09	11,36	3,13	-6,08	12,34
Acrilato de etilo	23,4	49,20	48,72	0,91	-0,98	2,80
Acrilato de n-butilo		23,31	22,40	1,50	-3,91	6,91
Acrilato de etilo	78,1	3,01	2,72	1,52	-9,63	12,68
Acrilato de n-butilo		1,27	1,15	2,17	-9,19	13,53
Acrilato de etilo	81,5	13,05	11,93	0,96	-8,60	10,51
Acrilato de n-butilo		6,29	5,66	2,36	-9,96	14,67
Acrilato de etilo	80,7	24,68	24,91	1,12	-0,93	3,16
Acrilato de n-butilo		11,68	11,53	1,73	-1,26	4,73
Acrilato de etilo	79,6	50,66	49,98	0,64	-1,34	2,62
Acrilato de n-butilo		24,00	22,83	0,86	-4,89	6,63

C_A es la concentración generada en la atmósfera de ensayo,

C_R es la concentración media recuperada de los tubos de anasorb 747 analizados al día siguiente a su captación,

H_R es la humedad relativa de la atmósfera de ensayo,

CV es el coeficiente de variación,

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

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

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

Tabla 4
Estudio de estabilidad de las muestras

Compuesto	Días	T ^a	C _{RF} (t días) (mg/m ³)	CV (%)	Dif (%)
Acrilato de etilo	7días	ambiente	2,58	0,58	-5,27
Acrilato de n-butilo			1,12	1,54	-2,75
Acrilato de etilo	14 días	ambiente	2,50	1,19	-8,09
Acrilato de n-butilo			1,13	0,72	-2,03
Acrilato de etilo	7días	ambiente	47,36	0,65	-4,29
Acrilato de n-butilo			22,05	2,52	-3,44
Acrilato de etilo	14 días	ambiente	47,13	0,30	-4,75
Acrilato de n-butilo			21,57	0,60	-5,53
Acrilato de etilo	7días	refrigeradas	48,41	0,44	-2,17
Acrilato de n-butilo			22,38	1,15	-1,96
Acrilato de etilo	14 días	refrigeradas	49,27	3,19	-0,42
Acrilato de n-butilo			21,87	0,51	-4,20

C_{RF} (t días) es la concentración media recuperada en la 1 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^a es la temperatura de almacenamiento de las muestras.

Nota: Las concentraciones de acrilatos recuperadas en las muestras analizadas al día siguiente de su captación fueron:

- a) 2,72 mg/m³ de acrilato de etilo y 1,15 mg/m³ de acrilato de n-butilo. La humedad relativa ha sido 78,1%.
- b) 49,98 mg/m³ de acrilato de etilo y 22,83 mg/m³ de acrilato de n-butilo. La humedad relativa ha sido 79,6%.



MINISTERIO
DE TRABAJO
Y ASUNTOS SOCIALES



INSTITUTO NACIONAL
DE SEGURIDAD E HIGIENE
EN EL TRABAJO