



**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

## 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<sub>5</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>] N° 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<sub>7</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub>] N° 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<sub>6</sub>H<sub>5</sub> - CH<sub>3</sub>] N° 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<sub>2</sub>C] N° 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<sub>6</sub>H<sub>5</sub> - C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>] N° 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 µl/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 µg/µl de acrilato de etilo y 9 µg/µl 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 µg/µl de acrilato de etilo y 90 µg/µl 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 µg/ml a 720 µg/ml para el acrilato de etilo y 9 µg/ml a 360 µg/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 ± 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.

b es la pendiente,

RA es el cociente de áreas ( $\overline{A/A}$  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 multinivel 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 µl 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 µg/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 µl de la disolución primaria (A) (4.3.2.1.1.) y 1 y 4 µl 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:

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

donde:

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

$\overline{C}_p$  es la concentración media de cada acrilato en µg/ml en los patrones (7.3.).

De acuerdo con los datos de la Tabla 2 del anexo A, la eficacia de desorción para 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 µg/ml en la sección frontal del tubo de muestreo,

$c_2$  es la concentración de acrilato en µg/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.

## 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  $\mu$ l de disolución/min en una corriente de aire que fluye aproximadamente a 2 l/min.

#### A.2 Eficacia de desorción (tabla 2)

La determinación de la eficacia de desorción se ha llevado a cabo siguiendo el procedimiento descrito en el apartado (7.3.).

#### A.3 Influencia de la concentración y de la humedad relativa de la atmósfera (tabla 3)

Las muestras utilizadas para el estudio de la influencia de la concentración y de la humedad relativa de la atmósfera se han captado a 0,2 l/min 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 a un caudal de inyección de 1  $\mu$ 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 3**  
**Muestreo/Análisis - Datos intralaboratorio**

Compuesto	H <sub>R</sub> (%)	C <sub>A</sub> (mg/m <sup>3</sup> )	C <sub>R</sub> (mg/m <sup>3</sup> )	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<sub>A</sub>** es la concentración generada en la atmósfera de ensayo,

**C<sub>R</sub>** es la concentración media recuperada de los tubos de anasorb 747 analizados al día siguiente a su captación,

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

**CV** es el coeficiente de variación,

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

**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:

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