



Documentación

NTP 111: Toma de muestras de ácido nítrico

Standard sampling method for Nitric Acid
Norme d'échantillonnage de l'Acide Nitrique

Redactor:

Asunción Freixa Blanxart
Lda. Ciencias Químicas

CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y ASISTENCIA TÉCNICA - BARCELONA

Esta norma para la captación de ácido nítrico -en la que se utiliza como soporte una solución absorbente- se completa con la norma general para la toma de muestras de contaminantes con impinger (**NTP 22.82**).

Objetivo

Determinar el método para la toma, transporte y conservación de muestras de ácido nítrico, así como el fundamento del método analítico, su margen de aplicación y sus limitaciones.

Fundamento método analítico

Un volumen de aire conocido se borbotea a través de impingers conteniendo solución de hidróxido sódico 0,01 N.

El ión nitrato resultante reacciona con ácido fenoldisulfónico formando un compuesto de ácido nitrofenoldisulfónico, coloreado.

La absorbencia, del compuesto coloreado formado se mide en un espectrofotómetro UV-visible o colorímetro a 405 nm.

Campo de aplicación

Abarca el área de la higiene industrial en lo que respecta a la captación y posterior determinación de ácido nítrico.

El margen de trabajo recomendado es de 0,4 a 4,0 mg/m³ de ácido nítrico, para un volumen de muestreo de 100 litros.

El intervalo de trabajo puede ampliarse entre 0,2 y 20 mg/m³ variando el alícuoto de muestra analizado.

El límite de detección puede estimarse en 0,15 mg/m³ de ácido nítrico.

Inconvenientes y limitaciones

El método es específico para ión nitrato, sin embargo no diferencia entre ión nitrato y ácido nítrico.

La presencia de nitratos inorgánicos y de compuestos fácilmente oxidables a nitratos (nitritos y compuestos organonitrogenados) producirá resultados por exceso.

La presencia de cloruros u otros haluros en cantidad superior a 0,1 mg produce resultados por defecto.

Equipo y material de muestreo

Bomba de aspiración

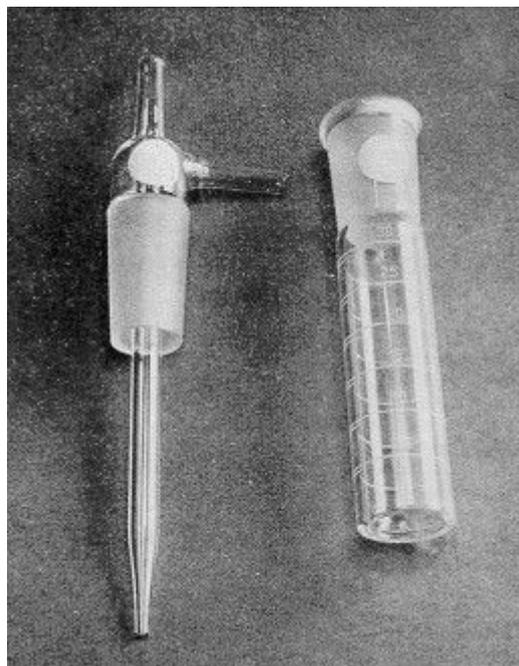
Bomba para muestreo personal y ambiental, cuyo caudal se mantenga dentro del valor determinado, con una exactitud de $\pm 5\%$.

La calibración de la bomba debe realizarse con el mismo tipo de soporte o unidad de captación con el fin de que la pérdida de carga sea similar a la que se tendrá en el muestreo.

Unidad de captación

Impinger

Se conectan dos impingers, provistos de borboteador normal, en serie conteniendo cada uno de ellos 10 ml de solución absorbente.



Componentes del impinger

Trampa

Se utiliza un impinger vacío, colocado en serie con los dos impingers de captación, e intercalado entre éstos y la bomba para protección de ésta.

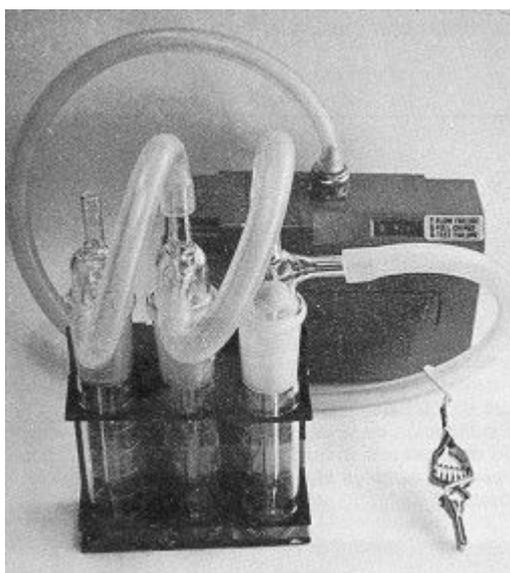
Solución absorbente

Hidróxido sódico 0,01 N.

Tubo flexible

Cronómetro

Termómetro y manómetro



Equipo de muestreo

Condiciones de muestreo

La muestra de aire se toma a un caudal de 1,5 lpm.

El volumen de muestreo de aire recomendado es de 100 litros.

Procedimiento de muestreo

Colocar 10 ml de solución absorbente (hidróxido sódico 0,01 N) en cada uno de los 2 impingers destinados al muestreo.

Situar los impingers y la trampa en soportes adecuados, y conectar adecuadamente sus salidas y entradas entre sí, mediante tubo flexible de silicona.

Colocar el tren de captación en la parte anterior de la cintura del operario a muestrear; fijándolo a un cinturón mediante un sistema de sujeción adecuado (pinza, funda o soporte, etc.).

La colocación más idónea del tren de captación es a la altura del hombro del operario, sin embargo solo es factible en procesos u operaciones que exigen del operario ligeros o

suaves movimiento.

Colocar la bomba de aspiración convenientemente calibrada, en la parte posterior de la cintura del operario a muestrear, fijándola al cinturón.

Conectar la bomba con la salida del tren de impingers mediante un tubo de plástico de longitud adecuada.

Poner la bomba en funcionamiento e iniciar la captación de la muestra. El aire a muestrear no debe pasar por ningún tubo antes de su entrada al impinger.

Vigilar periódicamente durante la captación, que la bomba funcione correctamente. En el caso de que se aprecien anomalías o variaciones sobre el caudal inicial volver a recalibrar la bomba o proceder a anular la muestra.

Transcurrido el tiempo de muestreo predeterminado, parar el funcionamiento de la bomba y anotar los datos siguientes: tiempo de muestreo, caudal, temperatura ambiente y presión (si no se puede averiguar la presión se estimará la altitud de la zona).

Preparar para cada lote de muestras un "impinger blanco". Este impinger, tapado perfectamente, contendrá la misma solución absorbente y volumen que las muestras, y habrá seguido sus mismas manipulaciones, exceptuando el paso de aire a su través.

Etiquetarlo con la palabra Blanco.

Transporte y conservación

Los impingers conteniendo las muestras, así como el correspondiente blanco, se trasladan en posición vertical con sus aberturas de entrada y salida perfectamente tapadas, para evitar pérdidas, por evaporación o derrame, y contaminaciones.

Utilizar tapones de Teflón o equivalentes, pero no de caucho.

Identificar cada muestra de forma clara, especificando si se trata del 1^{er} o 2^o impinger.

Las muestras contenidas en impingers, deben enviarse o transportarse en recipientes adecuados para prevenir la rotura de sus envases, así como la acción directa de la luz solar.

Las materias primas cuyo análisis pueda requerirse deben enviarse siempre separadas de las muestras ambientales, en recipientes aparte.

Las muestras deben remitirse al laboratorio, para su análisis, con la máxima rapidez posible.

Como precaución general las muestras, en cuanto no se analicen, se guardarán en nevera y al abrigo de la luz.



Toma de muestras con impinger

Bibliografía

(1) INSHT

Norma HA-226. Acido nítrico (o nitratos) en aire.

Noviembre 1977.

(2) INSHT

NTP 19.82. Instrucciones generales para la forma, conservación y envío de muestras.

Advertencia

© INSHT