



Documentación

NTP 110: Toma de muestras de metales (polvos y humos)

Standard sampling method for Metals (Dust and Fumes)
Norme d'échantillonnage pour Metaux (Fumes et poussières)

Redactor:

Antonio Martí Veciana
Ldo. en Ciencias Químicas y Ldo. en Farmacia

CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y ASISTENCIA TÉCNICA - BARCELONA

Esta norma, para la toma de muestras de polvos y humos metálicos -en la que se utiliza como soporte de captación un filtro- se completa con la norma general para la toma de muestras de contaminantes con filtro (**NTP-20.82**).

Objetivo

Establecer la metodología correspondiente a la toma transporte y conservación de muestras de polvos y humos metálicos.

Indicar el fundamento del método analítico, su campo de aplicación y sus limitaciones.

Fundamento método analítico

Un volumen de aire conocido se pasa a través de un filtro de membrana de ésteres de celulosa.

El filtro se trata en caliente con ácido nítrico conc. para destruir la materia orgánica y solubilizar los elementos o compuestos metálicos presentes.

Una vez completa la digestión, las muestras se evaporan cuidadosamente hasta sequedad, redisolviéndose el residuo con ácido nítrico al 10% (v/v), en caliente.

La solución ácida resultante se aspira a una llama apropiada de un Espectrofotómetro de Absorción Atómica; cuyo equipo dispone de una fuente energética de radiación característica del metal a analizar.

La absorción de esta energía característica por los átomos del elemento en cuestión, presentes en la llama, se relaciona con la concentración del metal en la muestra aspirada, y se compara con una recta de calibrado del metal.

Campo de aplicación

Abarca el área de la higiene industrial, en lo que respecta a la captación de humos y

polvos metálicos con filtro, y su posterior análisis por Espectrofotometría de Absorción Atómica.

El margen de trabajo del procedimiento analítico varía para cada metal en función de la sensibilidad analítica del elemento, y del instrumento analítico utilizado (equipo de Absorción Atómica).

En la Tabla se indican, a título orientativo, los márgenes ambientales de trabajo de los distintos elementos metálicos o sus compuestos, en función de los datos analíticos de sensibilidad y rangos de trabajo de los Manuales de Métodos Analíticos por Absorción Atómica, y de los volúmenes de aire recomendables para la determinación de concentraciones ambientales a nivel TLV, o próximas.

Los valores de los límites de detección de los diversos elementos o compuestos metálicos son datos experimentales que cada laboratorio debe establecer en función de los diversos factores que intervienen: calidad del filtro, pureza de los ácidos o reactivos, volumen de dilución, sensibilidad del elemento, instrumentación analítica...

Inconvenientes y limitaciones

Cuando en una misma toma de muestras, se vayan a captar simultáneamente varios elementos o compuestos metálicos, es necesario tomar como volumen recomendado el del elemento que sea superior.

Para la determinación analítica de cada elemento metálico, generalmente se precisan de 2 a 3 ml de muestra.

Ello significa que para un volumen de dilución de 10 ml (volumen habitual según el procedimiento analítico) solo puedan determinarse normalmente un número máximo de 4 elementos.

Cuando es necesario determinar un mayor número de elementos por filtro, puede aumentarse el volumen de dilución de la muestra (por ejemplo a 25 ml); sin embargo, previamente debería incrementarse de modo proporcional el volumen de muestreo, a fin de mantener el margen de aplicación establecido.

Existen algunos elementos metálicos y ciertos compuestos (ver tabla), para cuyas muestras ambientales no resulta apropiado el procedimiento general de tratamiento y preparación.

Para ellos será necesario utilizar otros procedimientos más específicos que eliminan la posibilidad de analizar varios elementos en una misma muestra.

En estos casos, la toma de muestras deberá efectuarse en exclusiva para la determinación del elemento metálico o compuesto concreto.

A menos que se disponga de otra técnica analítica alternativa no destructiva (como por ejemplo: Fluorescencia de Rayos-X).

Entre dichos elementos metálicos pueden citarse: antimonio, arsénico, estaño, selenio, titanio, wolframio, zirconio..., así como también algunos compuestos de elementos, como aluminio, bario, berilio, cobalto, cromo, molibdeno, vanadio... que tengan difícil solubilización, o convenga diferenciar su concentración entre compuestos solubles e

insolubles.

Elemento metálico	Estado físico, o compuestos	TLV (c) mg/m ³	Volumen litros	Margen de aplicación mg/m ³ (d)
Aluminio (a)	α-Alúmina	D	120	0,42 - 4,2
	Metal y óxido	10		
	Humos de soldadura	5		
	Sales solubles	2		
Antimonio (b)	Metal y compuestos, como Sb	0,5	120	0,08 - 3,3
	Sb ₂ O ₃ manipulación y uso, como Sb	0,5		
	Sb ₂ O ₃ , producción	A2		
Arsénico (b)	Arsénico y comp. solubles como As As ₂ O ₃ , producción	0,2	120 (e)	0,03 - 0,2 (e)
		A2	30 (f)	0,03 - 0,5 (f)
Bario (a)	Compuestos solubles, como Ba	0,5	120	0,08 - 2,1
Berilio (a)	Metal	0,002, A2	≥ 500	0,001 - 0,04
			120 (e)	0,0005 - 0,005 (e)
Bismuto	Teluro de bismuto	10	120	0,08 - 2,5
	Teluro de bismuto, dopado con Se	5		
Cadmio	Polvo y sales, como Cd	0,05	120	0,008 - 0,17
	Humos de CdO como Cd	C 0,05		
	Producción CdO	0,05		
Calcio	Carbonato / marmol	D	120	0,04 - 0,42
	Cianamida	0,5		
	Hidróxido	5		
	Oxido	2		
	Silicato	D		
Cobalto (a)	Metal, polvo y humos	(0,05)	≥ 240	0,02 - 0,2
Cobre	Humos	0,2	120	0,04 - 0,4
	Polvo y nieblas	1		
Cromo (a)	Metal	0,5	120	0,04 - 0,4
	Comp. Cr (II) y Cr (III)	0,5	120	
	Comp. Cr (VI), soluble en H ₂ O	0,05	≥ 240	0,02 - 0,2
	Comp. Cr (VI), insoluble en H ₂ O	0,05, A1a	≥ 240	
	Cromita mineral, como Cr	0,05, A1a	≥ 240	
Estaño (b)	Metal	2	240	0,4 - 8,3
	Oxidos y comp. inorg., excepto SnO ₄ , como Sn	2		
Hierro	Humos de óxido (Fe ₂ O ₃), como Fe	5	120	0,04 - 0,42
	Sales solubles, como Fe	1		
Magnesio	Magnesita	D	120	0,004 - 0,04
	Humos de MgO	10		
Manganeso	Polvo y comp., como Mn	C 5	120	0,04 - 0,25
	Humos, como Mn	1		
	Tetróxido	1		
Molibdeno (a)	Comp. solubles, como Mo	5	120	1,2 - 3,3
	Comp., insol., como Mo	10		
Níquel	Metal	1	120	0,04 - 0,42
	Comp. solubles, como Ni	0,1		
	Tostación sulfuros	1 A1a		
Plata	Metal	0,1	120	0,008 - 0,33
	Comp. solubles, como Ag	0,01	≥ 240	0,004 - 0,17
Plomo	Inorg., polvos y humos, como Pb	0,15	≥ 120	0,08 - 1,7
	Arsenato, como Pb ₃ (AsO ₄) ₂	(0,15)		
Selenio (b)	Comp., como Se	0,2	360	0,07 - 1,4
	Hexafluoruro de Se, como Se	0,2		
Talio	Comp. solubles, como Tl	0,1	≥ 360	0,05 - 0,5
Telurio	Comp., como Te	0,1	≥ 360	0,05 - 0,70
	Hexafluoruro de Te, como Te	0,2		

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

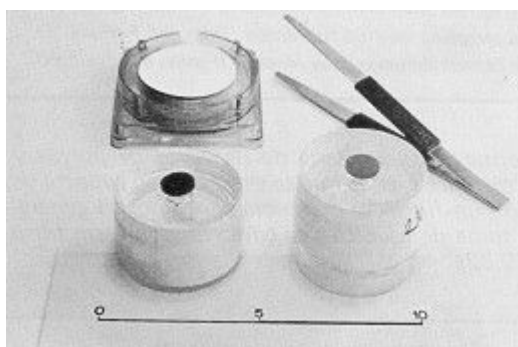
Filtro

Filtro de membrana de ésteres de celulosa, de 37 mm de diámetro y 0,8 micras de porosidad.

Soporte de celulosa

Portafiltros o cassettes

Cassettes de poliestireno de 2 ó 3 cuerpos, de 37 mm de diámetro en los que se coloca el filtro sobre el soporte de celulosa.

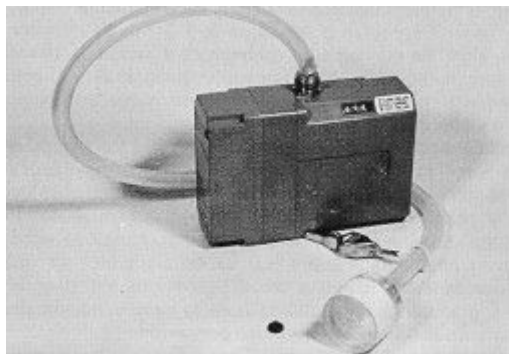


Tubo flexible

Adaptador

Cronómetro

Termómetro y manómetro



Equipo de muestreo para polvos y humos metálicos

Condiciones de muestreo

Las muestras de aire se toman a un caudal generalmente entre 1 y 3 lpm.

El volumen de aire recomendado es variable en función de la sensibilidad y margen de trabajo del método analítico de cada elemento, y de los límites de concentración establecidos (TLVs) para cada elemento o sus distintos estados físicos, solubilidades o compuestos (ver Tabla).

El volumen de aire más generalmente recomendado es el de 120 litros (60 minutos a 2 lpm), salvo para aquellos elementos o compuestos en que es necesario un mayor volumen de aire.

Procedimiento de muestreo

Colocar la bomba de aspiración, convenientemente calibrada, en la parte posterior de la cintura del operario a muestrear, asegurándola con un cinturón apropiado.

Ajustar el tubo que conecta la bomba con el cassette, por la espalda y hombro del operario, de forma que el extremo del tubo quede a la altura de la clavícula del operario, fijándolo con una pinza a su vestimenta.

Retirar los tapones del portafiltros o cassette y conectar el orificio de salida al tubo de conducción del aire, con ayuda de un adaptador.

Poner la bomba en funcionamiento e iniciar la captación de la muestra.



Durante la captación, vigilar periódicamente que la bomba funcione correctamente.

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 puede averiguarse la presión, se estimará la altitud de la zona).

Finalizada la captación retirar el cassette y cerrar los orificios con sus tapones, procurando que todo el conjunto ajuste perfectamente. El cassette no deberá abrirse bajo ninguna circunstancia hasta el momento del análisis. Colocar sobre el cassette una etiqueta con indicación clara del número identificativo de la muestra tomada.

Acompañar con cada lote de filtros muestreados un "filtro blanco", el cual ha sido sometido a sus mismas manipulaciones, excepto que no se ha pasado aire a su través.

Etiquetarlo con la palabra Blanco.

Transporte y almacenamiento

Colocar los cassettes muestreados, junto con el blanco (o blancos) en cajas, u otros envases o maletines convenientemente protegidos para evitar cualquier tipo de daño, alteración o pérdida de su contenido durante su envío o transporte al laboratorio.

Mantener las precauciones anteriores mientras dure el almacenamiento de las muestras, hasta el momento de su análisis.

Observaciones

(a) Elemento metálico, del que existen compuestos de difícil ataque o solubilización, que pueden requerir un tratamiento de digestión específico, y por tanto ser necesaria una toma de muestras exclusiva.

(b) Elemento metálico que requiere una toma de muestra exclusiva.

(c) Valores de los TLVs, adoptados por la ACGIH, para 1983-84, con los intentos de cambio para dicho período. El significado de las abreviaturas y símbolos, son los siguientes:

C Valor techo

D Partículas molestas o inertes (10 mg/m^3 , como polvo total)

() El dato corresponde al intento de cambio propuesto

A1a Sustancias carcinogénicas humanas.

A2 Sustancias sospechosas de ser potencialmente carcinogénicas para el hombre.

(d) Márgenes de aplicación, calculados de acuerdo con:

- Los márgenes lineales de trabajo establecidos en los manuales analíticos.
- El volumen de dilución de la muestra (generalmente a 10 ml).
- El volumen de aire recomendado.

Los márgenes superiores pueden ampliarse diluyendo adecuadamente las muestras en el procedimiento analítico.

(e) Volumen y margen de trabajo, correspondiente a la determinación del elemento por Absorción Atómica con cámara de grafito.

(f) Volumen y margen de trabajo correspondiente a la determinación colorimétrica de As.

Elemento metálico	Estado físico, o compuestos	TLV (c) mg/m ³	Volumen litros	Margen de aplicación mg/m ³ (d)
Aluminio (a)	α-Alúmina	D	120	0,42 - 4,2
	Metal y óxido	10		
	Humos de soldadura	5		
	Sales solubles	2		
Antimonio (b)	Metal y compuestos, como Sb	0,5	120	0,08 - 3,3
	Sb ₂ O ₃ manipulación y uso, como Sb	0,5		
	Sb ₂ O ₃ , producción	A2		
Arsénico (b)	Arsénico y comp. solubles como As	0,2	120 (e)	0,03 - 0,2 (e)
	As ₂ O ₃ , producción	A2	30 (f)	0,03 - 0,5 (f)
Bario (a)	Compuestos solubles, como Ba	0,5	120	0,08 - 2,1
Berilio (a)	Metal	0,002, A2	≥ 500	0,001 - 0,04
			120 (e)	0,0005 - 0,005 (e)
Bismuto	Teluro de bismuto	10	120	0,08 - 2,5
	Teluro de bismuto, dopado con Se	5		
Cadmio	Polvo y sales, como Cd	0,05	120	0,008 - 0,17
	Humos de CdO como Cd	C 0,05		
	Producción CdO	0,05		
Calcio	Carbonato / marmol	D	120	0,04 - 0,42
	Cianamida	0,5		
	Hidróxido	5		
	Oxido	2		
	Silicato	D		
Cobalto (a)	Metal, polvo y humos	(0,05)	≥ 240	0,02 - 0,2
Cobre	Humos	0,2	120	0,04 - 0,4
	Polvo y nieblas	1		
Cromo (a)	Metal	0,5	120	0,04 - 0,4
	Comp. Cr (II) y Cr (III)	0,5	120	
	Comp. Cr (VI), soluble en H ₂ O	0,05	≥ 240	0,02 - 0,2
	Comp. Cr (VI), insoluble en H ₂ O	0,05, A1a	≥ 240	
	Cromita mineral, como Cr	0,05, A1a	≥ 240	
Estaño (b)	Metal	2	240	0,4 - 8,3
	Oxidos y comp. inorg., excepto SnO ₄ , como Sn	2		
Hierro	Humos de óxido (Fe ₂ O ₃), como Fe	5	120	0,04 - 0,42
	Sales solubles, como Fe	1		
Magnesio	Magnesita	D	120	0,004 - 0,04
	Humos de MgO	10		
Manganeso	Polvo y comp., como Mn	C 5	120	0,04 - 0,25
	Humos, como Mn	1		
	Tetróxido	1		
Molibdeno (a)	Comp. solubles, como Mo	5	120	1,2 - 3,3
	Comp., insol., como Mo	10		
Níquel	Metal	1	120	0,04 - 0,42
	Comp. solubles, como Ni	0,1		
	Tostación sulfuros	1 A1a		
Plata	Metal	0,1	120	0,008 - 0,33
	Comp. solubles, como Ag	0,01	≥ 240	0,004 - 0,17
Plomo	Inorg., polvos y humos, como Pb	0,15	≥ 120	0,08 - 1,7
	Arsenato, como Pb ₃ (AsO ₄) ₂	(0,15)		
Selenio (b)	Comp., como Se	0,2	360	0,07 - 1,4
	Hexafluoruro de Se, como Se	0,2		
Talio	Comp. solubles, como Tl	0,1	≥ 360	0,05 - 0,5
Telurio	Comp., como Te	0,1	≥ 360	0,05 - 0,70
	Hexafluoruro de Te, como Te	0,2		

Bibliografía

(1) PERKIN ELMER

Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrophotometry

Norwalk, Connecticut, The Perkin Elmer. Corp., 1976

(2) VARIAN TECHTRON

Analytical Data for Elements Determined by Atomic Absorption Spectroscopy

California. Varian Techtron, Walnut Creek, 1971.

(3) NIOSH

General Procedure for Metals

NIOSH. Manual of Analytical Methods. Method P& CAM 173. Revised. 1979

(4) INSTITUTO NACIONAL DE SEGURIDAD E HIGIENE EN EL TRABAJO

Método general para la determinación de metales

Madrid. INHST. Norma HA-2122, Octubre 1982

(5) MARTI, A.

Guía para el análisis de metales en aire

INSHT. Documentos Técnicos. 1983/12

(6) MARTI, A.

Aspectos analíticos en la toma de muestras. Transporte y conservación

INSHT. Documentos Técnicos 1983/19