

# METODOS DE TOMA DE MUESTRAS Y ANALISIS

CTV R

**DETERMINACION DE PLOMO EN AIRE – METODO  
FILTRO DE MEMBRANA/ESPECTROFOTOMETRIA  
DE ABSORCION ATOMICA.**

MTA/MA – 011/A87



INSTITUTO NACIONAL  
DE SEGURIDAD E HIGIENE  
EN EL TRABAJO

I.S.B.N. 84-7425-281-4  
D. L.: M-16425-1987  
N.I.P.O: 211-87-002-1  
Edita e Imprime: Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo  
C. Torrelaguna, 73 - 28027 MADRID - ESPANA

## **PRESENTACION**

El Reglamento para la prevención de riesgos y protección de la salud de los trabajadores por la presencia de plomo metálico y sus compuestos iónicos en el ambiente de trabajo (O.M. 9 de Abril de 1986, B.O.E. 24-2-1986), en su artículo 4º, punto 1, indica que los métodos de muestreo y análisis empleados en la valoración de riesgos de exposición al plomo tendrán una fiabilidad no inferior a 120 por 100, con un nivel de confianza del 95 por 100 para concentraciones ambientales superiores a 30 ug. de plomo por metro cúbico de aire.

El método “Determinación de plomo en aire – Método filtro de membrana/Espec-trofotometria de Absorción Atómica”, es un METODO ACEPTADO por el INSTITUTO NACIONAL DE SEGURIDAD E HIGIENE EN EL TRABAJO (I.N.S.H.T.). Como METODO ACEPTADO se entiende: un método utilizado en el I.N.S.H.T. y que ha sido sometido a un protocolo de validación por una organización de prestigio como el National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH), American Standard for Testing and Materials (ASTM), o bien ha sido adoptado como método recomendado por entidades profesionales como American Conference of Governmental Industrial Hygienists (ACGIH), Asbestos International Association (AIA), American Industrial Hygiene Association (AIHA), International Organization for Standardization (ISO).

El método que se presenta es una reestructuración, atendiendo a ISO 78/2, de la NORMA-HA 32001 (Determinación de plomo en aire) del INSHT, revisado en 1981.



## **DETERMINACION DE PLOMO EN AIRE – METODO FILTRO DE MEMBRANA ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA**

*Palabras clave: Plomo, aire, espectrofotometria Absorcion Atómica.*

### **1. OBJETO Y CAMPO DE APLICACION**

Se describe en este método el procedimiento a seguir y el equipo necesario para la determinación de plomo en aire por Espectrofotometria de Absorción Atómica con llama, en un rango de concentración de 0,05 a 1,0 mg/m<sup>3</sup> de aire, para un volumen de muestreo de 200 litros. El método es aplicable a la determinación de plomo elemental, humos de plomo y otros aerosoles conteniendo plomo.

Las interferencias debidas a la absorción molecular pueden ser corregidas utilizando un sistema de corrección de fondo. Si se hallan presentes elevadas concentraciones (10 veces más que la concentración de plomo) de los siguientes iones: CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, I<sup>-</sup>, F<sup>-</sup>, CH<sub>3</sub>COO<sup>-</sup>, es aconsejable añadir 1 ml de solución 1M de Na<sub>2</sub>-EDTA a las muestras y patrones antes de la dilución con ácido nítrico al 10% (v/v). Si se hallan presentes Ca<sup>2+</sup> ó SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, en elevadas concentraciones (10 veces superiores a la concentración de plomo), es recomendable añadir Lantano a muestras y patrones hasta llevarlos a una concentración de 1 mg La/ml.

### **2. FUNDAMENTO DEL METODO**

La muestra se recoge haciendo pasar un volumen conocido de aire a través de un filtro de ésteres de celulosa mediante una bomba de muestreo.

La muestra así captada se trata con ácido nítrico para destruir la matriz orgánica y disolver el metal presente en la misma.

El plomo contenido en la muestra se determina mediante Espectrofotometria de Absorción Atómica con llama, a una longitud de onda de 283,3 nm, utilizando un método directo de cuantificación.

### **3. REACTIVOS Y PRODUCTOS**

Todos los reactivos utilizados deben tener, como

mínimo, la especificación “para análisis” y el agua debe ser bidestilada o equivalente.

#### **3.1 Ácido nítrico concentrado, min. 65%**

NOTA: SUBSTANCIA COMBURENTE Y CORROSIVA

Frases (R): 35. Frases (S): 2-23-26-27. Real Decreto 2216/1985 (9.2).

#### **3.2 Peróxido de hidrógeno 30%**

NOTA: SUBSTANCIA CORROSIVA. Frase (R): 34. Frases (S): 28-39 Real Decreto 2216/1985 (9.2).

#### **3.3 Nitrato de plomo**

NOTA: SUBSTANCIA NOCIVA. Frases (R): 20/22-33. Frases (S): 13-20/21. Real Decreto 2216/1985 (9.2).

#### **3.4 Sal disódica del ácido etilendiaminotetracético (Na<sub>2</sub>-EDTA)**

Disolución 1M.

#### **3.5 Nitrato de Lantano La(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> • 6 H<sub>2</sub>O**

**3.6 Disolución patrón de plomo** de 1000 µg/ml: Secar nitrato de plomo a 120°C durante 4 horas y dejar enfriar en un desecador. Pesar 1.598 gr y disolver en HNO<sub>3</sub> al 1% (v/v) hasta completar 1 litro de disolución.

**3.7 Disoluciones de trabajo:** Preparar una disolución intermedia de 100 µg Pb/ml, tomando 10 ml de la disolución patrón 3.6. y diluyendo a 100 ml.

De la disolución de 100 µg/ml se toman alícuotas de 5, 10, 15 y 20 ml y se aforan a 100 ml con HNO<sub>3</sub> al 10% (v/v), obteniéndose las disoluciones de trabajo de 5, 10, 15 y 20 µg/ml (Deben guardarse en frascos de polietileno).

### **4. APARATOS Y MATERIAL**

#### **4.1 Filtro de membrana de ésteres de celulosa** de 25 ó 37 mm. de diámetro y 0,8 micras de porosidad.

**4.2 Portafiltro o cassette** de 2 ó 3 cuerpos, de 37 mm. de diámetro interno, conteniendo el soporte de celulosa.

**4.3 Bomba personal de aspiración** capaz de suministrar un flujo constante entre 1 y 4 litros por minuto, durante el tiempo de muestreo.

**4.4 Placa calefactora** capaz de suministrar una temperatura de 140°C.

**4.5 Frascos de polietileno.**

**4.6 Espectrofómetro de Absorción Atómica** provisto de cabeza de mechero de aire-acetileno y lámpara de plomo.

## 5. TOMA DE MUESTRA

**5.1** Las muestras se toman haciendo pasar aire con un flujo de 1 a 4 l/min. a través de filtros de membrana de ésteres de celulosa de 37 mm. de diámetro y 0,8 micras de poro, montados en cassettes de 2 ó 3 cuerpos, mediante una bomba personal de aspiración, calibrada en condiciones representativas de la toma de muestra.

**5.2** El volumen de aire muestreado debe estar comprendido entre 200 y 1200 litros. En cualquier caso la cantidad de polvo total captada en el filtro no excederá de 2 mg aproximadamente.

**5.3** Con cada partida de muestras se acompañará un filtro blanco, el cual ha sido sometido a las mismas manipulaciones que las muestras, excepto que no se ha pasado aire a su través.

**5.4** El envío de las muestras debe efectuarse en cajas ó maletines apropiados y diseñados para prevenir posibles daños ó pérdidas de muestra en su transporte.

## 6. PROCEDIMIENTO DE ANALISIS

### 6.1 Limpieza de material

Todo material de vidrio utilizado en el análisis, después de su lavado, debe mantenerse sumergido varios minutos en ácido nítrico 1:1 y ser después cuidadosamente enjuagado con agua bidestilada.

### 6.2 Preparación de la muestra.

#### NOTA: MEDIDA DE SEGURIDAD

El proceso de digestión de las muestra debe efectuarse en el interior de una vitrina que disponga de sistema de extracción por aspiración.

**6.2.1** Los filtros muestra y blanco se transfieren cuidadosamente a erlenmeyers de 125 ml de capacidad y se adicionan aproximadamente 5 ml de ácido nítrico

concentrado y 1 ml de peróxido de hidrógeno al 30%. Si no hay óxido de plomo ( $PbO_2$ ) presente en la muestra, no es necesaria la adición de peróxido de hidrógeno al 30%.

**6.2.2** Cada erlenmeyer se cubre con un vidrio de reloj y se calienta en una placa calefactora a 140°C. Si hay elevadas cantidades de materia orgánica, son necesarias nuevas adiciones de ácido nítrico concentrado hasta su total destrucción. En esta etapa la temperatura de digestión no es crítica, sin embargo deberá permitir la ligera ebullición de las muestras. Las muestras no deben llegar a sequedad.

**6.2.3** Una vez completada la digestión, lo que se aprecia por el aspecto claro de la disolución, se retira el vidrio de reloj y se lava con ácido nítrico al 10% (v/v) (2 ó 3 ml) que se recoge en el erlenmeyer.

**6.2.4** La disolución resultante se evapora a sequedad en placa a 100°C. Enfriar cada erlenmeyer y disolver los residuos en 1 ml de  $HNO_3$  concentrado.

**6.2.5** Las disoluciones se transfieren a matraces aforados de 10 ml donde se enrasan con ácido nítrico al 10% (v/v). Si fuese necesario se añaden los reactivos adecuados para minimizar las interferencias presentes (Ver 1).

### 6.3 Preparación de patrones y curva de calibración.

**6.3.1** Preparar las disoluciones de trabajo de 5, 10, 15 y 20 ug Pb/ml del modo indicado en 3.7. Si hay presentes algunas interferencias, los patrones se compensarán de la misma forma que las muestras. (Ver 1 y 6.2.5.).

**6.3.2** Se analizan los patrones en las mismas condiciones de las muestras y según 6.4.

**6.3.3** Construir una curva de calibrado representando absorbancias frente a las concentraciones de las soluciones patrones en ug/ml.

### 6.4 Determinación espectrofotométrica.

Las disoluciones de las muestras y patrones se aspiran directamente a la llama del Espectrofómetro de Absorción Atómica, y se leen las absorbancias a 283,3 nm.

## 7. CALCULOS

### 7.1 Determinación de la concentración de plomo presente en la muestra.

La concentración de plomo presente en la muestra expresada en ug Pb/ml de disolución, se determina

por interpolación de la lectura obtenida en la curva de calibrado.

### 7.2 Determinación de la concentración de plomo en aire.

Se obtiene utilizando la siguiente expresión:

$$\text{mg Pb/m}^3 \text{ aire} (\mu\text{g Pb/l}) = \frac{(C_M \cdot V_M) - (C_B \cdot V_B)}{V}$$

$C_M$  Concentración de plomo en la muestra ( $\mu\text{g/ml}$ ).  
 $V_M$  Volumen de dilución de la muestra (ml).  
 $C_B$  Concentración de plomo en el blanco ( $\mu\text{g/ml}$ ).  
 $V_B$  Volumen de dilución del blanco (ml).  
 $V$  Volumen de aire muestreado (l).

## 8. PRECISION

No se dispone de suficientes datos para el cálculo de la repetibilidad  $r$  y la reproducibilidad  $R$ . El método

ha sido validado por NIOSH (9.1) en el rango de 0,13 a 0,4  $\text{mg/m}^3$  para un volumen de 180 l de aire, utilizando una atmósfera generada de nitrato de plomo. La recuperación obtenida en el rango de 18 a 72  $\mu\text{g}$  de plomo por muestra es del 98% y la eficacia de captación utilizando filtros de membrana de ésteres de celulosa es del 100% para aerosoles. El coeficiente de variación obtenido para las mediciones analíticas en el rango de 10 a 200  $\mu\text{g}$  de plomo por muestra es del 3%.

## 9. BIBLIOGRAFIA

**9.1** National Institute for Occupational Safety and Health **Manual of Analytical Methods**, 3rd. ed. V.1. Method 7082 DHHS Publications 84-100 (1984).

**9.2 Reglamento sobre declaración de sustancias nuevas y clasificación, envasado y etiquetado de sustancias peligrosas.**

Real Decreto 2216/1985 de 23 de Octubre (B.O.E. 27/9/85 y 9/5/86).



MINISTERIO  
DE TRABAJO  
Y ASUNTOS SOCIALES



INSTITUTO NACIONAL  
DE SEGURIDAD E HIGIENE  
EN EL TRABAJO