COLECCIONES TÉCNICAS

MTA/MA–073/A26

DETERMINACIÓN DE METALES Y SUS COMPUESTOS IÓNICOS EN AIRE

MÉTODO DE CAPTACIÓN EN FILTRO / ESPECTROMETRÍA DE MASAS CON PLASMA ACOPLADO INDUCTIVAMENTE (ICP/MS)

GOBIERNO DE ESPAÑA
MINISTERIO DE TRABAJO Y ECONOMÍA SOCIAL
insst Instituto Nacional de Seguridad y Salud en el Trabajo
MTA

Título: MTA/MA-073/A26. Determinación de metales y sus compuestos iónicos en aire. Método de captación en filtro / Espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente (ICP/MS).

Autor: Instituto Nacional de Seguridad y Salud en el Trabajo (INSST), O.A., M.P.

Organismos participantes en el Programa Nacional de Métodos de Toma de Muestra y Análisis:
Instituto Nacional de Seguridad y Salud 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 – Bizkaia.

Coordinación:
Centro Nacional de Verificación de Maquinaria – Bizkaia.

Edita:
Instituto Nacional de Seguridad y Salud en el Trabajo (INSST), O.A., M.P.
C/ Torrelaguna, 73 - 28027 Madrid
Tel. 91 363 41 00 - Fax 91 363 43 27
www.insst.es

Maquetación:
EDITORIAL MIC
C/ Artesiano, S/N Polígono Ind. Trobajo del Camino, 24010 León
mic@editorialmic.com

Edición: Madrid, agosto 2026.

NIPO (en línea): 118-26-027-3

Hipervínculos: El INSST no es responsable ni garantiza la exactitud de la información en los sitios web que no son de su propiedad. Asimismo la inclusión de un hipervínculo no implica aprobación por parte del INSST del sitio web, del propietario del mismo o de cualquier contenido específico al que aquel redirija

Catálogo de publicaciones de la Administración General del Estado:
http://cpage.mpr.gob.es

Catálogo de publicaciones del INSST:
http://www.insst.es/catalogo-de-publicaciones

datos abiertos

MTA/MA-073/A26
DETERMINACIÓN DE METALES Y SUS COMPUESTOS IÓNICOS EN AIRE

MÉTODO DE CAPTACIÓN EN FILTRO / ESPECTROMETRÍA DE MASAS CON PLASMA ACOPLADO INDUCTIVAMENTE (ICP/MS)

01 **Objeto y campo de aplicación.** **06**

02 **Definiciones.** **07**
2.1. Aerosol. 07
2.2. Fracción inhalable. 07
2.3. Fracción torácica. 07
2.4. Fracción respirable. 07
2.5. Muestreador de partículas (en suspensión en el aire). 07
2.6. Elemento de retención. 07
2.7. Sistema de muestreo. 08
2.8. Límite de detección, LOD. 08
2.9. Límite de cuantificación, LOQ. 08
2.10. Sesgo. 08
2.11. Precisión. 08
2.12. Incertidumbre. 08

03 **Fundamento del método.** **08**

04 **Reactivos y productos.** **08**
4.1. Gases. 08
4.2. Reactivos. 09
4.3. Disoluciones. 09

05 **Aparatos y material.** **11**
5.1. Aparatos y material para la toma de muestra. 11
5.2. Aparatos y material para el análisis. 11

06 **Toma de muestra.** **12**
6.1. Muestreador y caudal de muestreo. 12
6.2. Volumen de muestreo. 12
6.3. Procedimiento de muestreo. 13

07 **Procedimiento de análisis.** **14**
7.1. Limpieza del material. 14
7.2. Preparación de la muestra. 14
7.3. Condiciones instrumentales para el análisis. 14
7.4. Calibración. 15
7.5. Análisis de muestras y blancos. 15
7.6. Concentración de metales en el aire muestreado. 15

08 **Casos especiales.** **16**
8.1. Solubilización de las muestras. 16
8.2. Depósito de partículas en las paredes interiores del muestreador. 16
8.3. Desprendimiento de las partículas del filtro durante el transporte de la muestra. 16

09 **Características del método.** **16**
9.1. Límites de detección (LOD) y de cuantificación (LOQ) del método. 16
9.2. Recuperación analítica (RA). 17
9.3. Sesgo (S). 18
9.4. Precisión analítica (CV). 19
9.5. Incertidumbre expandida del método (U). 19

10 **Bibliografía.** **20**

11 **Anexo A. Procedimiento de preparación de las muestras.** **21**
A.1. Objetivo. 21
A.2. Fundamento del método. 21
A.3. Preparación de la disolución de la muestra. 21
A.4. Evaporación de la disolución de las muestras. 22

Anexo B. Validación del método de medida. 22
B.1. Límites de detección (LOD) y de cuantificación (LOQ). 22
B.2. Recuperación analítica (RA) y sesgo (S). 23
B.3. Incertidumbre del método de medida. 24

Anexo C. Muestreadores para aerosoles. 27

Anexo D. Factores a considerar en la selección del elemento de retención. 28
D.1. Eficacia de retención. 29
D.2. Capacidad de carga. 29
D.3. Contenido metálico. 29
D.4. Solubilidad. 29
D.5. Compatibilidad química. 29

01 OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Este método describe el procedimiento a seguir y el equipo necesario para la determinación de la concentración de metales y sus compuestos iónicos en el aire de los lugares de trabajo, mediante su captación en filtro y análisis por espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente (ICP-MS).

El método es aplicable a todo tipo de metales y sus compuestos iónicos excepto para aquellos que se presenten en forma de gas o vapor, o de sus compuestos orgánicos (10.1), (10.2) y (10.3). Asimismo, permite la determinación de las diferentes fracciones relacionadas con la salud contempladas en la norma UNE-EN 481:1995 (10.4) siempre que se utilicen para su captación los muestreadores adecuados (10.5) y (10.6).

De acuerdo con los criterios establecidos en la norma UNE-EN ISO 21832 (10.1), se ha validado el método para concentraciones en el ambiente de los metales estudiados en el intervalo desde la décima parte hasta dos veces el valor límite ambiental de exposición diaria correspondiente (VLA-ED) (10.7), considerando volúmenes de muestreo de mil litros de aire (tabla 1).

Tabla 1. Valor límite ambiental y cantidades de cada metal en el filtro ensayadas.

Elemento	Valor límite (mg/m^3)	Intervalo de ensayo (µg/filtro)
Aluminio (Al)	1	100 – 1000 – 2000
Arsénico (As)	0,01	1,0 – 10 – 20
Berilio (Be)	0,0002	0,020 – 0,20 – 0,40
Cadmio (Cd)	0,001	0,10 – 1,0 – 2,0
Zinc (Zn)	2	200 – 2000 – 4000
Cobalto (Co)	0,02	2,0 – 20 – 40
Cobre (Cu)	0,01	1,0 – 10 – 20
Cromo (Cr)	2	200 – 2000 – 4000
Hierro (Fe)	1	100 – 1000 – 2000

Elemento	Valor límite (mg/m^3)	Intervalo de ensayo (µg/filtro)
Plomo (Pb)	0,03	3,0 – 30 – 60
Manganeso (Mn)	0,05	5,0 – 50 – 100
Níquel (Ni)	0,01[1]	1,0 – 10 – 20

El límite inferior del método está condicionado por el límite de cuantificación de cada metal y el límite superior por la colmatación del filtro.

Este método de toma de muestra y análisis se ha desarrollado para determinar concentraciones medias ponderadas en el tiempo de metales en aire, en tomas de muestra personales y en lugares fijos. Por ello, puede ser utilizado para realizar mediciones de comparación con los valores límite de exposición profesional y mediciones periódicas (10.8) y (10.9).

02 DEFINICIONES

A efectos de este documento, se consideran de interés las siguientes definiciones provenientes de la norma UNE-EN 1540:2022 (10.10).

2.1. Aerosol

Partículas en suspensión en el aire y la mezcla de gases (y vapores) en la que están en suspensión.

2.2. Fracción inhalable

Fracción en masa de las partículas totales en suspensión en el aire que se inhala a través de la nariz y la boca.

2.3. Fracción torácica

Fracción en masa de las partículas inhaladas que penetra más allá de la laringe.

2.4. Fracción respirable

Fracción en masa de las partículas inhaladas que penetra hasta las vías respiratorias no ciliadas.

2.5. Muestreador de partículas (en suspensión en el aire)

Muestreador que se utiliza para transportar las partículas en suspensión en el aire a un elemento de retención.

2.6. Elemento de retención

Medio en el que se recogen los agentes químicos o biológicos en suspensión en el aire para su análisis posterior.

Los filtros, las espumas de poliuretano y el conjunto filtro + portafiltro de algunos muestreadores son algunos ejemplos de elementos de retención para partículas en suspensión en el aire.

[1] Fracción respirable.

2.7. Sistema de muestreo

Conjunto de componentes cuya misión es separar la fracción relacionada con la salud de interés (inhalable, torácica, respirable) y recogerla en un determinado elemento de retención. La bomba de muestreo, el muestreador y el elemento de retención forman parte del sistema de muestreo.

2.8. Límite de detección, LOD

La cantidad menor de un analito que se puede detectar con un nivel de confianza dado.

El límite de detección se puede calcular como tres veces la desviación típica de las medidas de un blanco.

2.9. Límite de cuantificación, LOQ

La cantidad menor de un analito que se puede cuantificar con un nivel de confianza dado.

El límite de cuantificación se puede calcular como diez veces la desviación típica de las medidas de un blanco.

2.10. Sesgo

Desviación del resultado obtenido aplicando un procedimiento de medida con respecto al valor aceptado como referencia.

2.11. Precisión

Grado de concordancia entre los resultados obtenidos aplicando el método repetidas veces en unas condiciones determinadas.

2.12. Incertidumbre

Estimación del intervalo de valores en el que se sitúa, con una probabilidad determinada, el valor verdadero de la magnitud medida.

03 FUNDAMENTO DEL MÉTODO

La muestra se recoge haciendo pasar un volumen conocido de aire a través de un muestreador que incorpora un elemento de retención adecuado, con la ayuda de una bomba de muestreo. El elemento de retención que contiene la muestra recogida se trata mediante el procedimiento descrito en el anexo A. Las disoluciones resultantes se analizan por espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente (ICP-MS).

A partir de la cantidad de analito presente en la muestra y del volumen de aire muestreado, se obtiene la concentración ambiental.

04 REACTIVOS Y PRODUCTOS

4.1. Gases

4.1.1. Argón.

4.1.2. Helio.

4.2. Reactivos

Todos los reactivos deben ser de calidad analítica o superior.

Las indicaciones de peligro asignadas a cada reactivo se recogen en el Reglamento (CE) nº 1272/2008, sobre clasificación, envasado y etiquetado de sustancias y mezclas (10.11) (CLP) y en el documento *Límites de exposición profesional para agentes químicos* (10.7).

4.2.1. Agua purificada, la conductividad eléctrica será menor de 0,1 µS/cm y la resistividad mayor de 18 MΩ x cm a 25 °C. N.º CAS 7732-18-5.

4.2.2. Ácido clorhídrico (HCl), concentrado, mínimo 32 % (m/m), densidad aproximada 1,16 g/ml. N.º CAS 7647-01-0.

Precaución: sustancia corrosiva para la piel. Indicaciones de peligro: H314, H318, H335, H290.

4.2.3. Ácido nítrico (HNO_3), concentrado, mínimo 65 % (m/m), densidad aproximada 1,40 g/ml. N.º CAS 7697-37-2.

Precaución: sustancia comburente y corrosiva para la piel. Indicaciones de peligro: H272, H314, H318, H335.

4.3. Disoluciones

4.3.1. Disolución estándar I, disolución comercial preparada en función de los valores límite ambientales de cada metal (tabla 2). Esta disolución se utiliza para la preparación de las disoluciones patrón requeridas para la obtención de la recta de calibrado. Es necesario observar la fecha de caducidad de la disolución estándar dada por el fabricante.

Tabla 2. Concentración en la disolución estándar I de cada elemento.

Elemento	Concentración (µg/ml)
Al	5000
As	50
Be	1
Cd	5
Zn	10000
Co	100
Cu	50
Cr	10000
Fe	5000
Pb	150
Mn	250
Ni	50

4.3.2. Disolución intermedia I, se prepara por dilución de la disolución estándar I (4.3.1). Se toma 1 ml de la disolución estándar I y se diluye con ácido nítrico al 1 % (4.3.8) hasta un volumen final de 10 ml.

4.3.3. Disolución intermedia II, se prepara por dilución de la disolución estándar I (4.3.1). Se toma 1 ml de la disolución estándar I y se diluye con ácido nítrico al 1 % (4.3.8) hasta un volumen final de 50 ml.

4.3.4. Disoluciones patrón para la calibración, se preparan seis disoluciones patrón que proporcionan, para cada uno de los metales considerados, cantidades en disolución en el intervalo indicado en la tabla 3. Para ello, se toman los volúmenes apropiados de la disolución intermedia I (4.3.2) con una pipeta electrónica (5.2.2) y se diluyen con ácido nítrico al 1 % (4.3.8) hasta un volumen final de 50 ml. Los volúmenes tomados para la preparación de los patrones de calibración corresponden al intervalo de [200-4000] µl de disolución intermedia I.

Tabla 3. Intervalo de concentración de cada uno de los elementos en las disoluciones patrón.

Elemento	Intervalo de concentración (µg/ml)
Al	[2-40]
As	[0,02-0,4]
Be	[0,0004-0,008]
Cd	[0,002-0,04]
Zn	[4-80]
Co	[0,04-0,8]
Cu	[0,02-0,4]
Cr	[4-80]
Fe	[2-40]
Pb	[0,06-1,2]
Mn	[0,1-2]
Ni	[0,02-0,4]

4.3.5. Disolución blanco de calibración, se prepara de igual manera que las disoluciones patrón para la calibración, excepto que no se añade el analito de interés.

4.3.6. Disolución estándar II, para uso en las disoluciones de control, disolución comercial similar a la disolución estándar I (4.3.1), pero preparada a partir de un lote diferente.

4.3.7. Disoluciones de control, para comprobar si durante el análisis ha cambiado la sensibilidad de la función de calibración. Se preparan tres disoluciones de control a partir de la disolución estándar II (4.3.6.) con concentraciones situadas en la zona baja, media y alta de la curva de calibración.

4.3.8. Disolución de ácido nítrico al 1 %, se toman 20 ml de ácido nítrico (4.2.3) y se diluyen con agua destilada hasta un volumen final de dos litros.

4.3.9. Disolución de patrón interno I, disolución comercial que contiene 200 mg/l de germanio, iridio, rodio y escandio.

4.3.10. Disolución de patrón interno II, disolución de trabajo que contiene 4 mg/l de germanio, iridio, rodio y escandio. Se toma 1 ml de la disolución de patrón interno I (4.3.9) y se diluye con la disolución de ácido nítrico al 1 % (4.3.8) hasta un volumen final de 50 ml.

4.3.11. Disolución de ácido nítrico al 0,5 %, se toman 5 ml de ácido nítrico (4.2.3) y se diluyen con agua destilada hasta un volumen final de un litro.

4.3.12. Disolución de ajuste del equipo, disolución comercial que contiene 10 µg/l de cerio, cobalto, litio, magnesio, talio e itrio.

4.3.13. Detergente, para limpieza, sin fosfatos (10.3).

05 APARATOS Y MATERIAL

5.1. Aparatos y material para la toma de muestra

5.1.1. Bomba de muestreo, se requiere una bomba tipo P, capaz de mantener un funcionamiento continuado durante el tiempo de muestreo. El caudal de la bomba ha de mantenerse constante dentro de un intervalo de ± 5 % (10.12). La bomba debe cumplir los requisitos recogidos en la norma UNE-EN ISO 13137:2022 (10.12).

Para conectar la bomba y el muestreador 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, para ajustar y medir el caudal de la bomba de muestreo, calibrado frente a un patrón primario (trazable a patrones nacionales o internacionales) y cuyo rango de medida incluya el caudal requerido para la bomba de muestreo.

5.1.3. Muestreador, diseñado para captar una o varias de las fracciones de las partículas en suspensión en el aire definidas en la norma UNE-EN 481:1995 (10.4), y que cumpla con lo establecido en la norma UNE-EN 13205:2015 (10.13), relativa al funcionamiento de los instrumentos para la medición de concentraciones de aerosoles, y en el documento técnico CEN/TR 15230:2005 (10.5). En el anexo C se recoge una serie de muestreadores que potencialmente cumplen estos requisitos.

5.1.4. Elemento de retención[2], filtro que garantice una eficacia de retención no inferior al 99,5 % de las partículas, con un diámetro de difusión de 0,3 µm y que tenga un contenido del metal muy bajo, generalmente menor de 0,1 µg del metal de interés (10.2). Los filtros más utilizados son los de membrana de ésteres de celulosa, aunque también puede utilizarse otro tipo de filtros. La elección del elemento de retención viene condicionada, en general, por el muestreador utilizado y por consideraciones analíticas (véase anexo D). En general, se recomienda utilizar un muestreador y un elemento de retención libres de materiales que causen interferencias en el análisis químico. En particular, para el análisis de metales, se recomienda, siempre que sea posible, utilizar un muestreador no metálico (10.5).

5.1.5. Pinzas de punta plana y sin estrías en los bordes que eviten, en lo posible, el deterioro de los elementos de retención.

5.1.6. Medidor de tiempo.

5.2. Aparatos y material para el análisis

5.2.1. Pipetas de vidrio, clase A de diferentes volúmene (10.14).

5.2.2. Pipeta electrónica para la preparación de la disolución intermedia, las disoluciones patrón para la calibración, la dilución de muestras de concentración superior al intervalo de medida y las disoluciones de control.

5.2.3. Matraces de polipropileno de diferentes volúmenes.

5.2.4. Tubos graduados de polipropileno de diferentes volúmenes, desechables.

5.2.5. Vasos de politetrafluoroetileno para horno de microondas[3,4,5], diseñados para llevar a cabo digestiones a presiones de 3000 kPa (435 psi) o superiores y permitir que salga la presión de los vasos de forma controlada, capaces de soportar temperaturas de al menos 180 °C y que presenten un volumen interno de al menos 50 ml.

---

[2] En algunos muestreadores se considera como elemento de retención el filtro junto con algunos componentes del muestreador.

[3] Los vasos se deben limpiar antes de su uso. Para ello, se añaden 5 ml de agua destilada y 5 ml de ácido nítrico y se someten al programa de temperaturas del horno de microondas (rampa de temperatura de 15 min hasta 160 ºC y 10 min a 160 ºC). Finalmente, se aclaran con agua destilada.

[4] Se recomienda el uso de vasos provistos de algún dispositivo, como los discos de ruptura, que les proteja de la sobrepresurización.

[5] Se recomienda la inspección regular de los discos de ruptura y de los vasos exteriores para comprobar si sufren alguna degradación química o física.

5.2.6. Horno de microondas, que disponga de un sistema de digestión cerrado y permita el control de temperatura. El interior del horno de microondas será resistente a la corrosión y estará bien ventilado y con todos los dispositivos electrónicos protegidos frente a la corrosión. Los hornos de microondas domésticos no pueden utilizarse ya que no están diseñados para estas aplicaciones.

5.2.7. Espectrómetro de masas con plasma acoplado inductivamente (ICP-MS), equipado con nebulizador, cámara de nebulización, celda de colisión, cuadrupolo y sistema informático de control instrumental y tratamiento de señales y datos.

06 TOMA DE MUESTRA

6.1. Muestreador y caudal de muestreo

Se selecciona un muestreador adecuado para la captación de la fracción de interés del aerosol (véase apartado 5.1.3). El muestreador debe utilizarse siguiendo las instrucciones del fabricante, especialmente en lo referente al caudal del muestreo (10.5).

6.2. Volumen de muestreo

El volumen mínimo de aire utilizado para la toma de la muestra debe permitir cuantificar concentraciones medias de los metales en el ambiente, ponderadas durante el tiempo de muestreo, iguales al 10 % de la concentración del VLA-ED® establecido para cada uno de los metales. El volumen mínimo de muestreo se calcula a partir de la fórmula 1.

$$V_{min} = \frac{LOQ}{(0{,}1 \times VLA - ED^{®})} \quad \text{(fórmula 1)}$$

Donde:

- V_{min}: volumen mínimo de muestreo, en litros.
- LOQ: límite de cuantificación analítico de cada metal, en µg/filtro.
- VLA-ED®: valor límite de exposición diaria de cada metal, en mg/m³.

En la tabla 4 se recogen los valores de los volúmenes mínimos de muestreo para cada metal, calculados a partir de los límites de cuantificación analíticos (tabla 6) y los VLA-ED® (tabla 1) respectivos.

Tabla 4. Volúmenes mínimos de muestreo para cada elemento.

Elemento	Volumen mínimo de muestreo (litros)
Al	0,7
As	7
Be	100
Cd	350
Zn	0,17
Co	4,5
Cu	107

Elemento	Volumen mínimo de muestreo (litros)
Cr	0,16
Fe	0,19
Pb	42
Mn	10,2
Ni	86

El volumen de aire de muestreo siempre será igual o superior al volumen mínimo necesario y debe posibilitar la obtención de un resultado representativo de la exposición del trabajador en la jornada laboral con el menor número de muestras posible (generalmente se realizará una única muestra por jornada laboral y trabajador).

6.3. Procedimiento de muestreo

6.3.1. Antes de usar los muestreadores, se comprobará que están completamente limpios y secos[6,7].

6.3.2. En una zona limpia y con la ayuda de unas pinzas planas y guantes, se monta el elemento de retención (véase apartado 5.1.4) en el muestreador seleccionado. El muestreador, con el elemento de retención incorporado, deberá permanecer convenientemente cerrado hasta el comienzo del muestreo.

6.3.3. Se calibra la bomba de muestreo (véase apartado 5.1.1) al caudal requerido por el muestreador empleando un medidor de caudal (véase apartado 5.1.2) y un muestreador que contiene un elemento de retención del mismo material y características que el utilizado en el muestreo[8].

6.3.4. Antes de comenzar el muestreo, se retiran las protecciones del muestreador y se conecta este a la bomba mediante un tubo flexible, asegurándose de que no existen fugas ni estrangulamientos.

6.3.5. Para muestreos personales, se coloca el muestreador en la zona respiratoria de la persona trabajadora, tan cerca de la nariz y la boca como sea razonablemente posible, por ejemplo, sujeto a la solapa. La bomba de muestreo se sujeta en el cinturón o en otro lugar apropiado de la ropa de la persona evitando estrangulamientos del tubo flexible. Para mediciones en un punto fijo, se debe elegir una localización adecuada para el muestreo (10.9)[9].

6.3.6. Para iniciar el muestreo, se pone en marcha la bomba y se anota la hora de comienzo de la toma de la muestra.

6.3.7. Durante el muestreo, se debe vigilar el funcionamiento de la bomba, por ejemplo, comprobando visualmente la escala del rotámetro o los datos de caudal mostrados en la pantalla.

6.3.8. Al finalizar la toma de muestra, se anota el tiempo transcurrido desde el inicio del muestreo. Se desconecta la bomba y se retira el muestreador del sistema de muestreo y se vuelve a cerrar para evitar pérdidas o contaminaciones durante su traslado al laboratorio. Se anotan la referencia de la muestra y todos los datos relativos al muestreo.

6.3.9. Con el mismo muestreador y elemento de retención utilizados en la calibración previa, se medirá y anotará el caudal de la bomba tras el muestreo. La muestra se considera no válida cuando la diferencia entre los caudales medidos antes y después de la toma de muestra supera el 5 %.

---

[6] Se tendrán en cuenta las recomendaciones del fabricante en todas las operaciones de limpieza y manipulación del muestreador.

[7] Si se utilizan ciclones, estos deben desmontarse e inspeccionarse. Si aparecen muescas o rayas en su interior, deberán desecharse.

[8] El elemento de retención utilizado para la calibración del caudal de la bomba no se usará para otro fin.

[9] Se tendrá en cuenta si la naturaleza del proceso puede acarrear diferencias significativas entre la exposición real de la persona trabajadora y la concentración de metales medida mediante un muestreador sujeto a la solapa. Por ejemplo, en los procesos de soldadura, la pantalla de soldadura proporciona un grado de protección desviando físicamente los humos de soldadura de la zona respiratoria, y el muestreo en solapa podría sobrestimar la exposición (10.1).

6.3.10. Por cada lote de muestras tomadas en las mismas condiciones, se adjuntarán uno o dos elementos de retención que serán etiquetados como blancos de campo (10.5). Estos elementos de retención habrán sido sometidos exactamente a la misma manipulación que las muestras, excepto que a través de ellos no se habrá hecho pasar aire. Se recomienda un blanco de campo por cada diez elementos de retención de muestra.

6.3.11. El transporte de las muestras debe efectuarse en recipientes adecuados para prevenir posibles daños o pérdidas de muestra durante el transporte.

07 PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS

7.1. Limpieza del material

Los vasos de politetrafluoroetileno deben estar libres de metales procedentes de ataques anteriores. Para ello, se recomienda someterlos al proceso de limpieza indicado en el apartado 5.2.5.

Los matraces de polipropileno se limpian con el detergente (4.3.13), se aclaran con agua del grifo, se enjuagan con agua purificada y con la disolución de ácido nítrico al 1 % (4.3.8).

Los tubos de polipropileno se enjuagan con la disolución de ácido nítrico al 1 % (4.3.8).

7.2. Preparación de la muestra

En el anexo A se recoge el procedimiento de preparación de las muestras. El procedimiento permite obtener la disolución de los analitos recogidos en los elementos de retención seleccionados.

7.3. Condiciones instrumentales para el análisis

El equipo se pone en funcionamiento siguiendo las recomendaciones del fabricante. El ajuste del equipo se realiza con la disolución 4.3.12. Los analitos se analizan en las condiciones indicadas en la tabla 5.

Tabla 5. Analito, modo de gas de celda y patrón interno.

Analito	Modo	Patrón interno
27 Al	He	45 Sc
75 As	He	72 Ge
9 Be	Sin gas	45 Sc
111 Cd	He	103 Rh
66 Zn	He	72 Ge
59 Co	He	72 Ge
63 Cu	He	72 Ge
52 Cr	He	72 Ge
56 Fe	He	72 Ge
208 Pb	He	193 Ir
55 Mn	He	72 Ge
60 Ni	He	72 Ge

7.4. Calibración[10]

Se preparan las disoluciones patrón para la calibración tal como se indica en el apartado 4.3.4. Se analizan en las condiciones indicadas en el apartado 7.3 aspirando en orden creciente de concentración y se determina la respuesta analítica de cada metal en términos de relación masa/carga de analito.

Para cada metal, se establece la función de calibración en función de la concentración y de la respuesta analítica (relación masa/carga) de acuerdo con la fórmula 2.

$$A = mC + b \quad \text{(fórmula 2)}$$

Donde:

- A: respuesta analítica (relación masa/carga).
- m: pendiente de la recta de calibración.
- C: concentración de analito en cada disolución patrón, en µg/ml.
- b: ordenada en el origen de la recta de calibración.

7.5. Análisis de muestras y blancos[11]

Antes de comenzar con el análisis de las muestras, se deben analizar varias veces la disolución de ácido nítrico al 1 % (4.3.8), a continuación, las disoluciones de control de la calibración (4.3.7), para finalizar con la disolución de ácido nítrico al 1 % (4.3.8).

La concentración del analito de interés en las disoluciones de las muestras se obtiene interpolando la respuesta analítica en la recta de calibración obtenida en el apartado 7.4.

Cuando se encuentren altas concentraciones de los analitos de interés, se diluye una alícuota de la disolución de la muestra con la misma disolución final de la preparación de la muestra, con el objeto de que la concentración resultante esté dentro del intervalo de calibración. Se deben hacer todas las diluciones necesarias y anotar los factores de dilución.

7.6. Concentración de metales en el aire muestreado

Una vez determinada la concentración de los metales en las muestras y en el blanco (7.5), se calcula la concentración de los metales en el aire muestreado, en miligramos por metro cúbico (mg/m^3), mediante la fórmula 3.

$$C = \frac{(C_m - C_b)V_d\ f\ 10^{-3}}{V} \quad \text{(fórmula 3)}$$

[10] Una vez comprobado que la calibración es lineal en el intervalo de aplicación del método, se puede utilizar una función de calibración, con un mínimo de tres patrones, en un intervalo más reducido, por ejemplo, entre el 50 y el 150 % de la concentración esperada.

[11] Los valores medidos en las disoluciones de control deben ser ± 10 % del valor teórico. Se analizan las muestras y los blancos intercalando las disoluciones de control cada diez muestras. Si la concentración medida ha variado más del ± 10 % del valor verdadero, se tomará alguna de las siguientes medidas: usar el sistema informático de tratamiento de datos del equipo para corregir el cambio de sensibilidad de la función de calibración o suspender el análisis y recalibrar el espectrómetro como se describe en el apartado 7.4. En cualquier caso, se repiten los análisis de las muestras analizadas durante el periodo en que la sensibilidad cambió o, si esto no es posible, se reprocesan los datos considerando el cambio de sensibilidad (10.3).

Donde:

- C: concentración de metal en el aire muestreado, en mg/m^3.
- C_m: concentración de metal en la disolución de la muestra, en µg/ml.
- C_b: concentración media de metal en las disoluciones de los blancos de campo, en µg/ml.
- V_d: volumen hasta el que la muestra y el blanco han sido diluidas, en ml.
- f: factor de dilución (si es necesario).
- V: volumen de aire muestreado, en m^3.

08 CASOS ESPECIALES

8.1. Solubilización de las muestras[12]

En caso de duda sobre la idoneidad del procedimiento de digestión descrito (véase anexo A) para la disolución de las muestras, se corroborará su eficacia analizando una muestra de naturaleza similar al material que se utiliza o produce en el lugar de trabajo y con una concentración conocida del metal objeto de análisis.

8.2. Depósito de partículas en las paredes interiores del muestreador

En algunos muestreadores, las partículas que se depositan en las paredes interiores del portafiltro se deben considerar parte integrante de la muestra y, por lo tanto, han de ser recuperadas e incorporadas a la muestra. Para ello, una vez que el filtro ha sido extraído del portafiltro mediante unas pinzas de punta plana, se lavan cuidadosamente las paredes del portafiltro con agua y el líquido se recoge en un recipiente adecuado donde se encuentra el filtro de la muestra. Las partículas que aún hayan podido quedar se arrastran con un filtro de membrana humedecido que se incorpora también al recipiente. La muestra resultante se somete al proceso de digestión descrito en el anexo A.

8.3. Desprendimiento de las partículas del filtro durante el transporte de la muestra

Se recomienda observar si hay evidencias de que las partículas se hayan desprendido del filtro durante el transporte. En caso de que ocurriera, se debe analizar si se pueden recuperar las partículas que se han desprendido del filtro o si la muestra debe ser considerada como no válida (10.1).

09 CARACTERÍSTICAS DEL MÉTODO

9.1. Límites de detección (LOD) y de cuantificación (LOQ) del método

Los límites de detección (LOD) y límites de cuantificación (LOQ) del método se calculan a partir del análisis de diez filtros de ésteres de celulosa adicionados con 60 µl de la disolución intermedia II (4.3.3). De acuerdo con el criterio establecido por la IUPAC (10.15), el LOD y el LOQ se calculan como tres y diez veces, respectivamente, la desviación estándar de las concentraciones de los metales obtenidas en el análisis de los diez filtros adicionados (tabla 6) (Anexo B.1).

[12] El tamaño de las partículas depositadas puede influir de forma considerable en el proceso de digestión de la muestra. La recuperación analítica del proceso de digestión empleado debe ser al menos del 90 %, con un coeficiente de variación inferior al 5 % (10.1). La recuperación analítica se puede determinar mediante el uso de materiales de referencia certificados que tengan una composición similar a los materiales presentes en las muestras a analizar. Si la recuperación analítica es inferior al 90 %, se usará un proceso de digestión más enérgico.

Tabla 6. Límite de detección y de cuantificación del método de medida para cada elemento.

Elemento	LOD (µg/filtro)	LOQ (µg/filtro)
Al	0,021	0,070
As	0,002	0,007
Be	0,0005	0,002
Cd	0,011	0,035
Zn	0,010	0,034
Co	0,003	0,009
Cu	0,032	0,107
Cr	0,009	0,031
Fe	0,006	0,019
Pb	0,038	0,126
Mn	0,015	0,051
Ni	0,026	0,086

9.2. Recuperación analítica (RA)

La recuperación analítica (RA) del método se determina para tres niveles de concentración para cada metal (0,1 VLA-ED®, VLA-ED®, 2 VLA-ED®). Para ello, se han adicionado distintas cantidades de la disolución intermedia I (4.3.2) y de la disolución estándar I (4.3.1) a tres lotes de diez filtros cada uno, con objeto de cubrir el intervalo de validación del método (Anexo B.2).

Se han analizado los filtros adicionados, y se ha determinado la recuperación analítica como la relación entre la cantidad de metal medida en el análisis (m_m) y la cantidad adicionada (m_a), de acuerdo con la fórmula 4.

$$RA = \frac{m_m}{m_a} \times 100 \quad \text{(fórmula 4)}$$

Donde:

- RA: recuperación analítica, en %.
- m_m: masa de metal medida en el análisis, en µg/filtro.
- m_a: masa de metal adicionada al filtro, en µg/filtro.

Los resultados de las recuperaciones analíticas medias obtenidos para cada uno de los niveles de concentración se muestran en el Anexo B.2. La recuperación analítica media para cada metal en el intervalo de aplicación del método se recoge en la tabla 7.

Tabla 7. Recuperación analítica media para cada elemento.

Elemento	RA_m (%)
Al	99,6
As	97,5
Be	97,1
Cd	97,5
Zn	98,5
Co	101,2
Cu	100,8
Cr	100,8
Fe	101,1
Pb	100,7
Mn	101,6
Ni	102,1

9.3. Sesgo (S)

El sesgo (S) se determina a partir de los resultados obtenidos en los filtros adicionados con diferentes cantidades de metal y preparados para estimar la recuperación analítica (RA) (Anexo B.2). El sesgo en porcentaje, para cada uno de los niveles de concentración ensayados, se calcula según la fórmula 5.

$$S_{m,i} = \frac{m_{a,i} - m_{m,i}}{m_{a,i}} \times 100 \quad \text{(fórmula 5)}$$

Donde:

- $S_{m,i}$: sesgo medio para cada metal y nivel de concentración, en %.
- $m_{a,i}$: masa de metal adicionada al filtro para cada nivel de concentración, en µg/filtro.
- $m_{m,i}$: masa media de metal medida para cada nivel de concentración, en µg/filtro.

El sesgo medio para cada metal en el intervalo de aplicación del método se muestra en la tabla 8.

Tabla 8. Sesgo medio para cada elemento.

Elemento	S_m (%)
Al	1,6
As	2,5
Be	2,9
Cd	2,5

Elemento	S_m (%)
Zn	1,5
Co	2,2
Cu	2,5
Cr	1,9
Fe	2,1
Pb	1,4
Mn	1,6
Ni	2,1

9.4. Precisión analítica (CV)

La precisión analítica se determina a partir de los resultados obtenidos en los filtros adicionados con diferentes cantidades de metal, preparados para estimar la recuperación analítica (RA) (Anexo B.2). La precisión analítica es el coeficiente de variación medio (CV_m) de los coeficientes de variación obtenidos para cada uno de los niveles de concentración de metal ensayados (CV_i). La tabla 9 recoge la precisión analítica media para cada metal en el intervalo de aplicación del método.

Tabla 9. Precisión analítica media para cada elemento.

Elemento	CV_m (%)
Al	0,76
As	0,74
Be	1,64
Cd	0,60
Zn	0,74
Co	0,69
Cu	0,72
Cr	0,66
Fe	0,69
Pb	0,33
Mn	0,75
Ni	0,73

9.5. Incertidumbre expandida del método (U)

La incertidumbre expandida del método para la determinación de metales se calcula a partir de todas las fuentes de incertidumbre asociadas al procedimiento de medida. Para su cálculo, se utiliza el factor de cobertura k = 2 (Anexo B.3). En la tabla 10 se recoge la incertidumbre expandida U (%) del procedimiento de medida para las fracciones inhalable y respirable de cada uno de los metales ensayados.

Tabla 10. Incertidumbre expandida del método de medida para cada elemento.

	Incertidumbre expandida U (%)	
Elemento	**F. inhalable**	**F. respirable**
Al	22,7	28,3
As	23,1	28,5
Be	23,3	28,7
Cd	23,1	28,5
Zn	22,7	28,3
Co	23,0	28,4
Cu	23,1	28,5
Cr	22,8	28,3
Fe	22,9	28,4
Pb	22,7	28,2
Mn	22,8	28,3
Ni	22,9	28,4

10 BIBLIOGRAFÍA

- 10.1. AENOR (2021a). *Aire en el lugar de trabajo. Metales y no metales en partículas en suspensión en el aire. Requisitos para la evaluación de los procedimientos de medición (ISO 21832:2018).* UNE-EN ISO 21832:2021.
- 10.2. ISO (2020). *Workplace air. Determination of metals and metalloids in airborne particulate matter by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry*. ISO 15202-1/2:2020.
- 10.3. ISO (2025). *Workplace air. Determination of metals and metalloids in airborne particulate matter by inductively coupled plasma mass spectrometry*. ISO 30011:2025.
- 10.4. AENOR (1995). *Atmósferas en los puestos de trabajo. Definición de las fracciones por el tamaño de las partículas para la medición de aerosoles*. UNE-EN 481:1995.
- 10.5. CEN. (2005). *Workplace atmospheres. Guidance for sampling of inhalable, thoracic and respirable aerosol fractions*. CEN/TR 15230: 2005.
- 10.6. Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo (2006). *Toma de muestras de aerosoles. Muestreadores de la fracción inhalable de materia particulada*. CR-03/2006.
- 10.7. Instituto Nacional de Seguridad y Salud en el Trabajo (s. f.). *Límites de Exposición Profesional a Agentes Químicos en España*.
- 10.8. AENOR (2021b). *Exposición en el lugar de trabajo. Procedimientos para la determinación de la concentración de los agentes químicos. Requisitos generales relativos al funcionamiento*. UNE-EN 482:2021.
- 10.9. AENOR (2019). *Exposición en el lugar de trabajo. Medición de la exposición por inhalación de agentes químicos. Estrategia para verificar la conformidad con los valores límite de exposición profesional*. UNE EN 689:2019 + AC:2019.

- 10.10. AENOR (2022). *Exposición en el lugar de trabajo. Terminología*. UNE-EN 1540:2022.
- 10.11. Reglamento (CE) nº 1272/2008 sobre clasificación, etiquetado y envasado de sustancias y mezclas, Reglamento CLP. *Diario Oficial de la Unión Europea*, L 353/1, de 31 de diciembre de 2008.
- 10.12. AENOR (2022). *Atmósferas en el lugar de trabajo. Bombas para el muestreo personal de los agentes químicos y biológicos. Requisitos y métodos de ensayo.* UNE-EN ISO 13137: 2022.
- 10.13. AENOR (2015). *Atmósferas en el lugar de trabajo. Evaluación del funcionamiento de los instrumentos para la medición de concentraciones de aerosoles*. UNE-EN 13205:2002.
- 10.14. AENOR (2012). *Vidrio borosilicato 3.3. Propiedades*. UNE 400310:1997.
- 10.15. International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC) (2002). *Harmonized guidelines for single-laboratory validation of methods of analysis. Technical Report. Pure Appl. Chem*, 74(5), pp. 835-855.

ANEXO A. Procedimiento de preparación de las muestras

Este anexo especifica un procedimiento de preparación de muestras que permite obtener las disoluciones de análisis a partir de las muestras recogidas en los elementos de retención seleccionados. Este procedimiento se aplica a los metales y sus compuestos iónicos que pueden presentarse como compuestos insolubles o ambas especies (solubles e insolubles) simultáneamente.

A.1. OBJETIVO

Este anexo especifica un procedimiento para la puesta en disolución de los metales y sus compuestos iónicos mediante la digestión de la muestra con una mezcla de ácido nítrico y ácido clorhídrico en un sistema cerrado de horno de microondas.

A.2. FUNDAMENTO DEL MÉTODO

El filtro que contiene la muestra se transfiere a un vaso de politetrafluoroetileno para ser digerido con una mezcla de ácido nítrico y ácido clorhídrico. El contenido del vaso se digiere utilizando un programa adecuado de temperaturas y tiempos en un horno de microondas. Tras la digestión, se somete la muestra a un nuevo programa que permite evaporar la disolución hasta que reste una alícuota. Se diluye ésta a 50 ml con agua purificada quedando así lista para su análisis.

A.3. PREPARACIÓN DE LA DISOLUCIÓN DE LA MUESTRA

A.3.1. En los casos en los que se considere como elemento de retención al conjunto portafiltro + filtro, hay que limpiar el exterior del portafiltro, por ejemplo, con una toallita húmeda, para evitar la posible contaminación de la muestra.

A.3.2. Se transfiere el filtro que contiene la muestra al interior de un vaso de politetrafluoroetileno con la ayuda de unas pinzas de punta plana.

A.3.3. Se introduce el vaso de politetrafluoroetileno en el vaso de protección y se añaden 6 ml de ácido nítrico y 3 ml de ácido clorhídrico utilizando pipetas adecuadas. Se tapa el vaso de politetrafluoroetileno y se coloca en el segmento del rotor para posteriormente cerrarlo con la llave dinamométrica.

A.3.4. Se instalan los segmentos del rotor de digestión dentro del horno de microondas.

A.3.5. Se pone en marcha el sistema de extracción del aire del interior del horno[13].

A.3.6. Se inicia el proceso de digestión de las muestras aplicando el siguiente programa de temperaturas y tiempos de: diez minutos hasta 180 °C y treinta minutos a 180 °C.

A.3.7. Una vez que el programa de digestión se haya completado, es necesario dejar enfriar los vasos hasta la temperatura ambiente antes de abrirlos.

A.3.8. Se afloja el vaso de protección con la llave dinamométrica y se extrae el vaso de politetrafluoroetileno que contiene la muestra. Se destapa con precaución el vaso de politetrafluoroetileno y se aclara la tapa con 1 ml de agua.

A.3.9. Se procede de igual manera con los blancos de campo.

A.4. EVAPORACIÓN DE LA DISOLUCIÓN DE LAS MUESTRAS

A.4.1. En el horno de microondas, se sustituye el rotor de digestión por el rotor de evaporación y se colocan los vasos de las muestras con su adaptador correspondiente en el rotor de evaporación.

A.4.2. Se coloca la salida del tubo conectado al sistema de evaporación de ácidos dentro de la cabina de extracción.

A.4.3. Se abre la llave de paso del agua del serpentín que permite la condensación de los vapores ácidos y se inicia el proceso de evaporación de las muestras aplicando durante quince minutos una potencia de 900 W.

A.4.4. Una vez finalizado el programa de evaporación, se retiran los vasos del rotor, se les añade una pequeña cantidad de agua y la disolución se transfiere a un matraz de 50 ml. Los vasos de las muestras se aclaran dos veces más con agua y finalmente se enrasa el matraz para completar los 50 ml[14].

ANEXO B. Validación del método de medida

En este anexo se describen los ensayos llevados a cabo y los datos obtenidos en la validación del método para la determinación de metales y sus compuestos iónicos en aire. Las muestras utilizadas para la validación han sido filtros de ésteres de celulosa de 37 mm de diámetro (5.1.4), adicionados con alícuotas de la disolución estándar I (4.3.1) o de las disoluciones intermedias I y II (4.3.2 y 4.3.3).

La validación del método se ha llevado a cabo siguiendo los criterios establecidos en la norma UNE-EN ISO 21832:2021 (10.1).

B.1. LÍMITES DE DETECCIÓN (LOD) Y DE CUANTIFICACIÓN (LOQ)

Los límites de detección (LOD) y límites de cuantificación (LOQ) del método se calculan a partir del análisis de diez filtros de ésteres de celulosa adicionados con 60 µl de la disolución intermedia II (4.3.3). De acuerdo con el criterio establecido por la IUPAC (10.15), el LOD y el LOQ se calculan como tres y diez veces, respectivamente, la desviación estándar de las concentraciones de los metales obtenidas en el análisis de los diez filtros adicionados (tabla B.1).

[13] La salida del tubo de extracción debe estar dentro de la cabina de extracción.

[14] Todas las operaciones se deben realizar dentro de una cabina de extracción.

Tabla B.1. Límites de detección y cuantificación del método de medida.

Elemento	Adición (µg/filtro)	Valor medio (µg/filtro)	s (desviación estándar) (µg/filtro)	LOD (µg/filtro)	LOQ (µg/filtro)
Al	5,978	6,29	0,007	0,021	0,070
As	0,060	0,058	0,001	0,002	0,007
Be	0,001	0,001	0,0002	0,0005	0,002
Cd	0,006	0,019	0,004	0,011	0,035
Zn	12,006	11,59	0,003	0,010	0,034
Co	0,120	0,118	0,001	0,003	0,009
Cu	0,059	0,067	0,011	0,032	0,107
Cr	12,036	11,53	0,003	0,009	0,031
Fe	5,988	6,088	0,002	0,006	0,019
Pb	0,898	0,914	0,013	0,038	0,126
Mn	0,298	0,311	0,005	0,015	0,051
Ni	0,061	0,097	0,008	0,026	0,086

B.2. RECUPERACIÓN ANALÍTICA (RA) Y SESGO (S)

Se ha calculado la recuperación analítica y el sesgo a tres niveles de concentración. Para cada uno de los niveles se han utilizado diez filtros. Para los niveles de concentración 0,1 VLA y VLA, se han adicionado 200 µl y 2000 µl, respectivamente, de la disolución intermedia I (4.3.2), y para el nivel de 2 VL se han adicionado 400 µl de la disolución estándar I (4.3.1).

Los resultados obtenidos se muestran en la tabla B.2.

Tabla B.2. Recuperación analítica y sesgo del método de medida.

Elemento	Nivel	m_a (µg/filtro)	m_m (µg/filtro)	RA_i (%)	CV_i (%)	$Sesgo_i$ (%)	RA_m (%)	CV_m (%)	$Sesgo_m$ (%)
Al	0,1 VLA-ED®	99,6	97,2	97,6	2,3	2,4	99,6	0,76	1,6
	VLA-ED®	996,4	991,0	99,4	0,01	0,5			
	2 VLA-ED®	1992,8	2027,8	101,8	0,01	-1,8			
As	0,1 VLA-ED®	0,995	0,968	97,3	2,2	2,7	97,5	0,74	2,5
	VLA-ED®	9,948	9,617	96,7	0,01	3,3			
	2 VLA-ED®	19,9	19,6	98,6	0,04	1,4			
Be	0,1 VLA-ED®	0,020	0,019	98,4	2,4	1,6	97,1	0,80	2,9
	VLA-ED®	0,197	0,190	96,56	0,01	3,5			
	2 VLA-ED®	0,3932	0,379	96,4	0,01	3,6			

Elemento	Nivel	m_a (µg/filtro)	m_m (µg/filtro)	RA_i (%)	CV_i (%)	$Sesgo_i$ (%)	RA_m (%)	CV_m (%)	$Sesgo_m$ (%)
Cd	0,1 VLA-ED®	0,099	0,097	98,1	1,8	1,9	97,5	0,60	2,5
	VLA-ED®	0,992	0,977	98,5	0,02	1,5			
	2 VLA-ED®	1,984	1,905	96,0	0,01	4,0			
Zn	0,1 VLA-ED®	200,1	193,6	96,8	2,2	3,2	98,5	0,74	1,5
	VLA-ED®	2001	1974,1	98,7	0,02	1,3			
	2 VLA-ED®	4002	4006,1	100,1	0,02	-0,1			
Co	0,1 VLA-ED®	1,999	1,968	98,5	2,0	1,5	101,2	0,68	2,2
	VLA-ED®	20,0	20,2	100,9	0,01	-0,9			
	2 VLA-ED®	40,0	41,6	104,1	0,01	-4,1			
Cu	0,1 VLA-ED®	0,981	0,956	97,4	2,2	2,6	100,8	0,74	2,5
	VLA-ED®	9,812	9,942	101,3	0,01	-1,3			
	2 VLA-ED®	19,6	20,3	103,6	0,01	-3,6			
Cr	0,1 VLA-ED®	200,6	197,1	98,2	2,0	1,7	100,8	0,66	1,9
	VLA-ED®	2006	2013,5	100,4	0,01	-0,4			
	2 VLA-ED®	4012	4158,4	103,6	0,01	-3,6			
Fe	0,1 VLA-ED®	99,8	98,3	98,5	2,0	1,5	101,1	0,69	2,1
	VLA-ED®	998	1008,3	101,0	0,01	-1,0			
	2 VLA-ED®	1996	2072,2	103,8	0,01	-3,8			
Pb	0,1 VLA-ED®	2,994	3,071	102,6	0,98	-2,6	100,4	0,33	1,4
	VLA-ED®	29,9	29,9	99,9	0,01	0,1			
	2 VLA-ED®	59,9	59,0	98,6	0,01	1,4			
Mn	0,1 VLA-ED®	4,973	4,998	100,5	2,2	-0,5	101,7	0,75	1,6
	VLA-ED®	49,7	50,0	100,6	0,01	-0,6			
	2 VLA-ED®	99,4	103,2	103,8	0,01	-3,8			
Ni	0,1 VLA-ED®	1,013	1,018	100,5	2,2	-0,5	102,1	0,73	2,1
	VLA-ED®	10,13	10,3	101,4	0,01	-1,4			
	2 VLA-ED®	20,2	21,1	104,4	0,01	-4,4			

B.3. INCERTIDUMBRE DEL MÉTODO DE MEDIDA

Las principales componentes de incertidumbre en la medida de metales y sus compuestos iónicos en aire son las asociadas al muestreo y al análisis. La incertidumbre, en %, asociada a dicha concentración se ha estimado haciendo uso de la información obtenida durante la validación del método y siguiendo los criterios y recomendaciones establecidos en la norma UNE-EN ISO 21832 (10.1). En la tabla B.3 se muestran los valores obtenidos para las distintas componentes.

Tabla B.3. Cuantificación de las componentes de la incertidumbre.

		Fracción inhalable	Fracción respirable
		u (%)	*u* (%)
A. TOMA DE MUESTRA			
Componente de la incertidumbre	**Fuente de información**		
Incertidumbre asociada al volumen de aire muestreado			
Calibración del medidor de caudal.	Certificado de calibración del medidor de caudal.	-0,26	-0,26
Estabilidad del caudal de la bomba de muestreo.	El caudal debe mantenerse en ± 5 % del valor seleccionado (UNE-EN ISO 13137)[15].	2,89	Incluido en desviación del caudal respecto del caudal nominal.
Medición del tiempo de muestreo.	Se considera despreciable para periodos de medida superiores a 2 horas. Para periodos inferiores, es despreciable si el cronómetro posibilita la lectura en segundos.	--	-
	u_v[16]	2,90	0,26
Incertidumbre asociada a la eficacia de muestreo			
Calibración del sistema de ensayo del muestreador.	UNE-EN ISO 21832.	0,5	1
Estimación de la concentración de aerosol muestreada.	UNE-EN ISO 21832.	4	1
Sesgo respecto del convenio de muestreo.	UNE-EN ISO 21832.	7,5	8
Desviación del caudal respecto del caudal nominal (para muestreadores de fracciones respirable y torácica).	UNE-EN ISO 21832.		6
Variabilidad individual de los muestreadores (para muestreadores de fracciones respirable y torácica).	UNE-EN ISO 21832.		7
	u_{em}[17]	8,51	12,29
Incertidumbre asociada al transporte y almacenamiento			
Transporte.	UNE-EN ISO 21832.	2,89	2,89

[15] Incertidumbre de la estabilidad del caudal de la bomba de muestreo: $u\ (\%) = \frac{5\ \%}{\sqrt{3}} = 2{,}89\ \%$.

[16] Incertidumbre asociada al volumen de muestreo (fracción inhalable): $u_v\ (\%) = \sqrt{0{,}26^2 + 2{,}89^2} = 2{,}90\ \%$.

Incertidumbre asociada al volumen de muestreo (fracción respirable): $u_v\ (\%) = \sqrt{0{,}26^2} = 0{,}26\ \%$.

[17] Incertidumbre asociada a la eficacia de muestreo (fracción inhalable): $u_{em}(\%) = \sqrt{0{,}5^2 + 4^2 + 7{,}5^2} = 8{,}51\ \%$.

Incertidumbre asociada a la eficacia de muestreo (fracción respirable): $u_{em}(\%) = \sqrt{1^2 + 1^2 + 8^2 + 6^2 + 7^2} = 12{,}29\ \%$.

		Fracción inhalable	Fracción respirable
		u (%)	u (%)
Almacenamiento.	Estables.	--	--
	u_{tr}[18]	2,89	2,89
Incertidumbre de la toma de muestra u_{tm}[19]		**9,44**	**12,63**
	B. ANÁLISIS		
Componente de la incertidumbre	**Fuente de información**		
Incertidumbre asociada a la recuperación analítica			
Sesgo analítico.	Calculado a partir de filtros adicionados a tres niveles. Valor medio de todos los metales[20].	2,36	2,36
Incertidumbre asociada a la precisión analítica.	Calculado a partir de filtros adicionados a tres niveles. Valor medio de todos los metales[21].	0,69	0,69
Incertidumbre asociada a la calibración			
Patrones de calibración.	Certificado proporcionado por el fabricante. Valor medio de todos los metales[22].	0,41	0,41
Función de calibración.	UNE-EN ISO 21832.	2	2
Deriva de la respuesta instrumental.	ISO 30011[23].	5,77	5,77

[18] Incertidumbre asociada al transporte (fracción inhalable y respirable): $u_{tr}\ (\%) = \frac{5\ \%}{\sqrt{3}} = 2{,}89\ \%$.

[19] Incertidumbre de la toma de muestra (fracción inhalable): $u_{tm}(\%) = \sqrt{2{,}90^2 + 8{,}51^2 + 2{,}89^2} = 9{,}44\ \%$. Incertidumbre de la toma de muestra (fracción respirable): $u_{tm}(\%) = \sqrt{0{,}26^2 + 12{,}29^2 + 2{,}89^2} = 12{,}63\ \%$.

[20] Incertidumbre asociada a la recuperación analítica debida al sesgo (fracción inhalable y respirable): $u\ (\%) = \sqrt{\sum_{i=1}^{n} \frac{(B_{a,i})^2}{n} + (\bar{u}_{pipeta})^2}$

$u\ (\%) = \sqrt{\frac{1{,}92 + 1{,}332 + 2{,}962}{3} + 0{,}87} = 2{,}36\ \%$.

$B_{a,i}$ = sesgo medio de todos los metales para cada nivel de adición.

Pipeta: $\bar{u}_{pipeta}(\%) = \sqrt{u^2_{tolerancia} + u^2_{precisión}} = 0{,}87\ \%$.

[21] Incertidumbre asociada a la precisión analítica (fracción inhalable y respirable): $u\ (\%) = \frac{cv_1(\%) + cv_2(\%) + cv_3(\%)}{3}$

$u\ (\%) = \frac{2{,}04 + 0{,}012 + 0{,}013}{3} = 0{,}69\ \%$.

[22] Incertidumbre asociada a los patrones de calibración (fracción inhalable y respirable): $u\ (\%) = \sqrt{u^2_{patrón} + u^2_{pipeta} + u^2_{matraz}}$

$u\ (\%) = \sqrt{0{,}37^2 + 0{,}15^2 + 0{,}06^2} = 0{,}41\ \%$.

Disolución patrón: $u\ (\%) = \frac{Tolerancia\ (\%)}{\sqrt{3}} = 0{,}37\ \%$ (media de las incertidumbres relativas de todos los metales).

Pipeta: $u_{pipeta}(\%) = \sqrt{u^2_{tolerancia} + u^2_{precisión}} = 0{,}15\ \%$ (volumen 1000 µl).

Matraz: $u_{matraz}(\%) = \sqrt{u^2_{tolerancia} + u^2_{precisión}} = 0{,}06\ \%$ (matraz 50 ml).

[23] Deriva de la respuesta instrumental (fracción inhalable y respirable): $u\ (\%) = \frac{10\ \%}{\sqrt{3}} = 5{,}77\ \%$.

	Fracción inhalable	Fracción respirable
	u (%)	*u* (%)
Incertidumbre del análisis u_a[24]	6,60	6,60
Incertidumbre combinada u_c[25]	**11,52**	**14,25**
Incertidumbre expandida U[26] (k = 2)	**23,1**	**28,5**

ANEXO C. Muestreadores para aerosoles

Los muestreadores utilizados para captar las diferentes fracciones relacionadas con la salud (inhalable, torácica o respirable) deben adecuarse a los convenios especificados en la norma UNE-EN 481 (10.4). En este sentido, el informe técnico CEN/TR 15230 (10.5) incluye, con carácter informativo, los muestreadores (disponibles en el mercado en el año 2004) que cumplen con las especificaciones de las normas UNE-EN 481 (10.4) y UNE-EN 13205 (10.13) para unas determinadas condiciones ambientales.

No todos los muestreadores cumplen con los requisitos para todas las condiciones ambientales posibles y es el usuario quien debe verificar que el muestreador tiene un comportamiento aceptable para las condiciones en las que se va a utilizar.

Las principales variables que afectan a la eficacia de muestreo son el diámetro aerodinámico de las partículas y la velocidad y dirección del aire. Algunos muestreadores presentan dificultades para el cumplimiento del convenio establecido (inhalable, torácico o respirable) cuando las velocidades del aire son altas, cuando la concentración del aerosol es elevada o cuando se generan partículas grandes con un gran momento de inercia. Estas situaciones conducen, en general, a una subestimación de la fracción de interés, excepto en las situaciones en las que se generan partículas grandes.

Los muestreadores diseñados para recoger de forma simultánea más de una fracción se ven afectados, además de por las condiciones ya citadas, por la posibilidad de que las partículas puedan pasar de una fracción a otra una vez que han sido recogidas por el muestreador.

La tabla C.1 recoge, para las distintas fracciones relacionadas con la salud, los muestreadores personales incluidos en el informe técnico CEN/TR 15230 (10.5) junto con los elementos de retención y caudales de muestreo recomendados. Además de los muestreadores incluidos en la tabla, existen en el mercado otros muestreadores que pueden utilizarse siempre que cumplan los requisitos de las normas UNE-EN 481 (10.4) y UNE-EN 13205 (10.13).

[24] Incertidumbre del análisis (fracción inhalable y respirable): $u_a(\%) = \sqrt{2{,}36^2 + 0{,}69^2 + 0{,}41^2 + 2^2 + 5{,}77^2} = 6{,}60\ \%$.

[25] Incertidumbre combinada (fracción inhalable): $u_c = \sqrt{u_{tm}^2 + u_a^2} = \sqrt{9{,}44^2 + 6{,}60^2} = 11{,}52\ \%$.

Incertidumbre combinada (fracción respirable): $u_c = \sqrt{u_{tm}^2 + u_a^2} = \sqrt{12{,}63^2 + 6{,}60^2} = 14{,}25\ \%$.

[26] Incertidumbre expandida (fracción inhalable): $U\ (\%) = k \times u_c = 2 \times 11{,}52 = 23{,}1\ \%$.

Incertidumbre expandida (fracción respirable): $U\ (\%) = k \times u_c = 2 \times 14{,}25 = 28{,}5\ \%$.

Tabla C.1. Muestreadores recogidos en el informe técnico CEN/TR 15230[27].

Fracciones relacionadas con la salud	Muestreador personal	Caudal de muestreo (l/min)	Elemento de retención
Inhalable	IOM	2	Filtro de 25 mm en portafiltro
	PGP-GSP 3,5	3,5	Filtro de 37 mm
	PGP-GSP 10	10	Filtro de 37 mm
	BUTTON	4	Filtro de 25 mm
	CIP-10I	10	Espuma
	PAS-6	2	Filtro de 25 mm
Torácica	CIP-10T	7	Espuma
	GK 2.69	1,6	Filtro de 37 mm
	PEM 200	2 4 10	Filtro de 37 mm
Respirable	IOM Multidust	2	Filtro de 25 mm en portafiltro
	CIP-10R	10	Espuma
	GK 2.69	4,2	Filtro de 37 mm
	SIMPEDS	2,2	Filtro de 25 mm
	Ciclón polvo respirable	2,2	Filtro de 25 mm
	Ciclón aluminio	2,5	Filtro de 25 o 37 mm
	Ciclón plástico conductor	3	Filtro de 25 o 37 mm
	PGP-FSP 2	2	Filtro de 37 mm
	PGP-FSP 10	10	Filtro de 37 mm
	Ciclón nylon 10 mm	1,7	Filtro de 37 mm
Inhalable y respirable	IOM Multidust	2	Espuma y filtro de 25 mm en portafiltro
Inhalable, torácica y respirable	Respicon	3,11	Filtros de 37 mm

ANEXO D. Factores a considerar en la selección del elemento de retención

Los principales factores que deben considerarse en la elección del elemento de retención son su dimensión, determinada por el tipo de muestreador a utilizar, y el tamaño de poro y la naturaleza del elemento, relacionados con la pérdida de carga que generan.

[27] Las características detalladas se pueden consultar al fabricante.

D.1. EFICACIA DE RETENCIÓN

La mayoría de los filtros que habitualmente se utilizan en el muestreo de las partículas en suspensión en el aire cumplen con la eficacia de retención indicada en 5.1.4. Los filtros pueden ser de fibra (por ejemplo, cuarzo o fibra de vidrio) o de membrana [por ejemplo, ésteres de celulosa o politetrafluoroetileno (PTFE)].

Aunque los filtros utilizados en el muestreo presentan una eficacia de retención reducida para las partículas con un diámetro inferior a 1 µm (pueden generarse en procesos a temperaturas elevadas, por ejemplo, los humos), las partículas ultrafinas tienden a aglomerarse, dando lugar a partículas mayores que se recogen eficientemente en el filtro.

D.2. CAPACIDAD DE CARGA

Los filtros de membrana retienen las partículas en la superficie del filtro, mientras que los filtros de fibra retienen las partículas tanto en la superficie como en el interior de la estructura del filtro. Los filtros de membrana presentan una menor capacidad de carga en comparación con los filtros de fibra.

Si se recoge una cantidad excesiva de partículas en un filtro de membrana, los poros del filtro se pueden obstruir generando un aumento de la pérdida de carga, que podría llegar a producir un fallo de la bomba de muestreo. Además, las partículas pueden desplazarse del filtro durante la manipulación o el transporte de este.

D.3. CONTENIDO METÁLICO

El contenido metálico del elemento de retención debería ser tan bajo como sea posible.

Los filtros de membrana, generalmente, tienen un contenido metálico muy bajo. Sin embargo, los filtros de fibra de vidrio no son adecuados para muestrear ciertos metales (por ejemplo, aluminio, calcio y cinc), debido a que presentan valores de blanco de laboratorio elevados. Los filtros de fibra de cuarzo presentan valores inferiores a los de fibra de vidrio.

D.4. SOLUBILIDAD

Los filtros utilizados en el muestreo deben solubilizarse completamente al someterse al procedimiento de preparación de muestras descrito en el anexo A.

Los filtros de membrana de ésteres de celulosa de 0,8 µm de tamaño de poro son solubles en mezclas de ácido, mientras que los filtros de fibra de cuarzo requieren el uso de ácido fluorhídrico.

D.5. COMPATIBILIDAD QUÍMICA

El agente químico no debe reaccionar con el material del elemento de retención.

Los agentes químicos disueltos pueden reaccionar con el material o con algún contaminante del elemento de retención, generando un compuesto insoluble, lo que llevaría a resultados erróneos y se obtendrían bajas recuperaciones, como, por ejemplo, en el caso de la plata si el elemento de retención contiene cloruros.

GOBIERNO DE ESPAÑA
MINISTERIO DE TRABAJO Y ECONOMÍA SOCIAL
insst
Instituto Nacional de Seguridad y Salud en el Trabajo

NIPO (en línea): 118-26-027-3

MTA-MA-073/A26