

**HIGIENE INDUSTRIAL. MEDIO AMBIENTE LABORAL.
DETERMINACIÓN DE PLOMO Y COMPUESTOS INORGÁNICOS
DE PLOMO. MÉTODO DE ABSORCIÓN ATÓMICA**

Norma Técnica INTE 31-08-07-97

Publicado en El Alcance No.68 de La Gaceta No. 192 del 02 de octubre de 1998

»Nombre de la norma: Determinación de plomo y compuestos inorgánicos de plomo Método de absorción atómica

»Número de la norma: INTE 31-08-07-97.

de absorción atómica

0 Introducción

Sustancia: Plomo y compuestos inorgánicos de plomo.

Medio ambiente: Aire.

Nivel máximo de concentración permisible: El establecido en la * INTE 31-08-04-97.

Procedimiento: Recolección por filtrado, digestión en ácido nítrico, absorción atómica.

Rango: 0.128 - 0.399 mg/m³.

Precisión: Coeficiente de variación (CV_T): no determinado. Como referencia se da el valor de 0.072.

* Norma INTE 31-08-04-97 - Concentraciones ambientales máximas permisibles en lugares de trabajo.

1 Objeto y Campo de Aplicación

Esta norma establece el procedimiento espectrofotométrico de absorción atómica para la determinación de plomo y compuestos inorgánicos de plomo en el aire del medio ambiente laboral.

2 Principio del Método

2.1 Un volumen conocido de aire es pasado a través de filtros de membrana de celulosa, para recolectar la sustancia bajo análisis.

2.2 Los filtros conteniendo la muestra son reducidos a cenizas húmedas usando ácido nítrico para destruir la base orgánica y solubilizar el plomo y/o los compuestos inorgánicos de plomo.

2.3 Las muestras en solución y los patrones son analizados por aspersion en la flama de acetileno-aire de oxidación, de un espectrofotómetro de absorción atómica usando una lámpara de cátodo hueco para plomo.

3 Rango de Trabajo

Este método se puede aplicar en concentraciones de Pb en aire de 0,025-0,5 mg/m³, sin necesidad de hacer diluciones para lo cual se recomiendan muestreos de 400 litros (para un TLV-TWA igual a 0,05 mg/m³).

4 Interferencias

4.1 No existen interferencias catiónicas, sin embargo, iones como fosfato, carbonato, yoduro, fluoruro y acetato, suprimen significativamente la absorbancia en concentraciones 10 veces mayores que la del plomo. Para evitar este tipo de interferencias debe adicionarse EDTA (ácido etilen diamino tetracético) a la solución, para que las soluciones muestra, sean 0.1 M con respecto al EDTA.

4.2 A 217 nm, especies no atómicas tienen una fuerte absorción en la flama. Por tanto, cuando la muestra tiene una alta concentración en sólidos disueltos, es necesario corregir por absorción no atómica utilizando una lámpara de hidrógeno continuo.

5 Coeficiente de Variacion (Cv)

Este valor no se ha determinado, pero se da como referencia el valor de 0,072 para concentraciones de 0,128-0,399 mg/m³.

6 Ventajas y Desventajas del Método

6.1 El dispositivo de muestreo es pequeño, portátil y no involucra líquidos.

Las muestras recolectadas en filtros son analizadas por medio de un método instrumental rápido.

7 Instrumentación y Equipo

7.1 Equipo de muestreo

La determinación del contenido de plomo se realiza en muestras de aire, recolectadas con una unidad de muestreo que consta de los siguientes componentes:

7.1.1 Unidad filtrante, consiste de un medio filtrante 8 (ver 7.2) y un porta filtros apropiado de tres secciones, de 37 mm de diámetro.

7.1.2 Bomba de muestreo personal. Una bomba de muestreo personal, calibrada, cuyo flujo pueda ser determinado con una exactitud de $\pm 5 \%$ del flujo recomendado.

7.2 Filtro de membrana tipo mezcla éster de celulosa, con un diámetro de 37 mm y 0.8×10^{-3} mm (0.8 micrones) de tamaño de poro.

7.3 Espectrofotómetro de absorción atómica. Este instrumento debe estar equipado con un quemador de aire-acetileno.

7.3.1 Lámpara de cátodo hueco para plomo.

7.3.2 Oxidante: aire comprimido.

7.3.3 Combustible: acetileno.

7.3.4 Soporte de celulosa.

7.3.5 Válvulas reductoras de presión. Para cada tanque de gas comprimido utilizado se necesitan; dos manómetros, dos válvulas reductoras de presión por etapas y mangueras apropiadas para las conexiones.

7.4 Instrumental para laboratorio químico, de vidrio de silicato de boro.

7.4.1 Vasos de precipitados de 100 ml con vidrio de reloj como cubierta.

7.4.2 Pipetas de 1,3,5,7 y 10 ml volumétricas o graduadas.

7.4.3 Matraces volumétricos de 10 y 100 ml.

7.5 Botellas de Nalgene.

7.5.1 Cinco botellas de Nalgene de 100 ml de capacidad para almacenar los patrones diluidos de plomo.

7.5.2 Una botella de Nalgene de 1000 ml de capacidad para almacenar una solución de plomo de 100 ppm.

7.6 Un calentador eléctrico capaz de alcanzar 673 K (400°C) provista de un termostato regulable.

8 Reactivos

Todos los reactivos utilizados deben ser grado reactivo o superior.

8.1 Agua desionizada o bidestilada

8.2 Acido nítrico concentrado.

8.3 Acido nítrico diluido: (10 ml de ácido nítrico concentrado se diluyen con 100 ml de agua bidestilada o desionizada), usada para diluir los patrones de plomo.

8.4 Plomo, en forma de metal granulado grado reactivo.

8.5 Nitrato de plomo para análisis.

9 Procedimiento

9.1 Limpieza del equipo

9.1.1 Antes de usarse, todo el material de vidrio debe ser remojado en una solución de detergente suave para eliminar cualquier residuo de grasa o sustancia química.

9.1.2 Luego de esta limpieza inicial, el material debe ser limpiado con ácido nítrico concentrado caliente y enjuagado con agua corriente, luego con agua destilada y finalmente secado.

9.1.3 Después del proceso de limpieza anterior, enjuagar el material limpio, con ácido nítrico.

9.2 Calibración de la bomba de muestreo personal. Cada bomba de muestreo personal debe ser calibrada con una unidad de filtrado representativa, en la línea. Esto minimizará el error asociado con la incertidumbre en la recolección del volumen de muestra.

9.3 Recolección y empaque de muestras.

9.3.1 Ensamblar el filtro en el portafiltro, cerrando firmemente para asegurar que el anillo central selle con el borde del filtro. El filtro de membrana de celulosa se mantiene en su lugar apoyándolo en un soporte de celulosa. Cerrar el cassette con una banda de celulosa.

9.3.2 Para realizar el muestreo debe unirse el portafiltro a la bomba de muestreo, mediante un tramo de tubo flexible, colocándolo posteriormente

en la solapa del trabajador. Al finalizar el muestreo deben colocarse de nuevo los tapones respectivos en el portafiltro.

9.3.3 El aire de muestreo que penetra al portafiltro, no debe circular por ninguna especie de tubería antes del portafiltro.

9.3.4 Se recomienda, un tamaño de muestra de 180 litros, muestreado a un flujo de 1.5 litros/min, el cual debe ser conocido con una exactitud de ± 5 %.

9.3.5 Comenzar el muestreo y observar el rotámetro frecuentemente, puesto que existe la posibilidad de que el filtro se tape por la presencia de grandes partículas sólidas o por neblinas de aceites o de otros líquidos en el aire. El muestreo debe suspenderse al detectar cualquier evidencia de dificultad en la recolección.

9.3.6 Debe concluirse el muestreo en un tiempo predeterminado, anotando: El flujo de muestreo, el tiempo de recolección, la temperatura y presión ambientales. Si la presión no puede ser obtenida, registrar la altitud.

9.3.7 Cuidadosamente se registra la identificación de la muestra y todos los datos relevantes del muestreo.

9.3.8 Con cada lote de muestras, incluir la menos 2 filtros del mismo lote de filtros usados en el muestreo, el cual debe sujetarse exactamente al mismo manejo que los del muestreo, excepto que el aire no es pasado a través de él. Etiquetarlo como referencia.

9.3.9 Los portafiltros en los cuales las muestras son recolectadas deben ser envasados en un contenedor apropiadamente diseñado para prevenir daño en tránsito.

9.4 Preparación de la muestra

Nota. Medida de seguridad

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

9.4.1 Los filtros muestra y blanco se transfieren cuidadosamente a elementos de 125 ml de capacidad y concentrado 1 ml de peróxido de hidrógeno al

30%. Si no hay óxido de plomo (Pb O_2) presente en la muestra, no es necesaria la adición de peróxido de hidrógeno al 30%.

9.4.2 Cada erlenmeyers 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 adicciones de ácido nítrico concentrado hasta su total destrucción. En esta etapa la temperatura de digestión no es crítica, sin embargo debe permitir la ligera ebullición de la muestras. Las muestras no deben llegar a sequedad.

9.4.3 Una vez complementada 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 elemento.

9.4.4 La disolución resultante se evapora en sequedad en la placa a 100 °C. Enfriar cada elemento y disolver los residuos en 2-3 ml de HNO_3 al 10%.

9.4.5 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).

9.5 Preparación de patrones y curva de calibración.

9.5.1 Preparar las disoluciones de trabajo de 1,2,5,10,15 y 20 $\mu\text{g Pb/ml}$ del modo indicado a continuación:

- Se debe preparar una disolución intermedia de 100 $\mu\text{g Pb/ml}$, tomando 10 ml de la disolución patrón (ver 9.5.1.1) y diluyendo a 100 ml.

- De la disolución patrón de 100 $\mu\text{g Pb/ml}$ se toman alícuotas de 5, 10, 15, 20 ml y se aforan a 100 ml con HNO_3 al 10 % (v/v), obteniéndose las disoluciones de trabajo de 5, 10, 15 y 20 $\mu\text{g/ml}$ (Deben guardarse en frascos de polietileno).

Si hay presentes algunas interferencias, los patrones se compensarán de la misma forma que las muestras.

9.5.1.1 Disolución patrón de plomo de 1000 $\mu\text{g /ml}$:

- Secar nitrato de plomo a 120 °C durante 4 horas y dejar enfriar en un desecador. Pesar 1,598 g y disolver en al HNO_3 1% (v/v) hasta completar 1 litro de disolución.

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

9.5.3 Construir una curva de calibrado representando absorbancias frente a las concentraciones de las soluciones patrones en $\mu\text{g/ml}$.

9.6 Determinación espectrofotométrica

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

10 Cálculos

10.1 Determinación de la concentración de plomo presente en la muestra

La concentración de plomo presente en la muestra expresada en $\mu\text{g Pb/ml}$ de disolución se determina por interpolación de la lectura obtenida en la curva de calibrado.

10.2 Determinación de la concentración de plomo en el aire

Se obtiene utilizando la siguiente expresión:

$$\frac{(C_M V_M) - (C_B V_B)}{V}$$

V

donde

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).

11 Informe de Evaluación

Informe de evaluación.

El informe debe contener los siguientes datos:

a) Nombre del contaminante

b) Identificación de las muestras

- c)** Referencia a la norma, método utilizado para la evaluación
- d)** Croquis de localización de los puntos de muestreo
- e)** Fecha y hora de inicio y terminación del muestreo
- f)** Flujo de calibración y flujo de muestreo
- g)** Temperatura y presión de acuerdo a la altitud de la atmósfera evaluada
- h)** Sustancias que interfieren en el análisis y que están presentes en la atmósfera muestreada
- i)** Tipo de muestreo:
 - Personal (zona de respiración), puesto de trabajo y nombre del trabajador;
 - Ambiental (atmósfera general de la zona de trabajo).
- j)** Fecha de realización del análisis de laboratorio
- k)** Concentración determinada del contaminante expresada en mg/m^3 y/o ppm comparada con el nivel máximo permisible de concentración
- l)** Memoria de cálculo
- m)** Nombre y firma del responsable del informe
- n)** Observaciones
- o)** Referencia al laboratorio que proceso las muestras

12 Correspondencia

La presente norma tomó como base las siguientes normas

NOM-033-STPS Higiene Industrial-Medio Ambiente Laboral-Determinación de Plomo y Compuestos Inorgánicos de Plomo-Método de Absorción Atómica.

- Métodos de toma de muestras y análisis, MTA/MA-011/A87. Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo; España.