

## DETERMINACIÓN DE ÁCIDOS INORGÁNICOS I (ÁCIDO FOSFÓRICO Y ÁCIDO SULFÚRICO) EN AIRE – MÉTODO DEL FILTRO DE PVC / CROMATOGRAFÍA IÓNICA

MTA/MA – 060/A05



GOBIERNO  
DE ESPAÑA

MINISTERIO  
DE EMPLEO  
Y SEGURIDAD SOCIAL



INSTITUTO NACIONAL  
DE SEGURIDAD E HIGIENE  
EN EL TRABAJO

**Título:**

Determinación de ácidos inorgánicos I (ácido fosfórico y ácido sulfúrico) en aire -  
Método del filtro de PVC/Cromatografía iónica

**Autor:**

Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo (INSHT)

**Edita:**

Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo (INSHT)  
C/ Torrelaguna, 73 - 28027 Madrid  
Tel. 91 363 41 00, fax 91 363 43 27  
[www.insht.es](http://www.insht.es)

**Composición:**

Servicio de Ediciones y Publicaciones del INSHT

**Edición:**

Madrid, diciembre 2012

**NIPO** (en línea): 272-15-023-4

**Hipervínculos:**

El INSHT 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 INSHT del sitio web, del propietario del mismo o de cualquier contenido específico al que aquel redirija

**Organismos participantes en el Programa Nacional de Normalización de Métodos de Toma de Muestra y Análisis:**

- Instituto Nacional de Seguridad e Higiene 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 - Vizcaya

**Dirección y Coordinación de la colección:**

Centro Nacional de Verificación de Maquinaria - Vizcaya

Catálogo general de publicaciones oficiales:

<http://publicacionesoficiales.boe.es>

Catálogo de publicaciones del INSHT:

<http://www.insht.es/catalogopublicaciones/>





## DETERMINACIÓN DE ÁCIDOS INORGÁNICOS I (ÁCIDO FOSFÓRICO Y ÁCIDO SULFÚRICO) EN AIRE – MÉTODO DEL FILTRO DE PVC / CROMATOGRAFÍA IÓNICA

*Palabras clave: Ácidos inorgánicos, fosfórico, sulfúrico, aire, cromatografía iónica.*

### 1 OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

El método describe el procedimiento a seguir y el equipo necesario para la determinación de concentraciones de ácido fosfórico y ácido sulfúrico presentes en los lugares de trabajo, mediante su captación en filtro de policloruro de vinilo (PVC) y análisis por cromatografía iónica.

Se ha validado el método para una mezcla de los ácidos fosfórico y sulfúrico, en intervalos de concentración de:

0,075 mg/m<sup>3</sup> a 2,00 mg/m<sup>3</sup> de ácido fosfórico  
0,075 mg/m<sup>3</sup> a 2,00 mg/m<sup>3</sup> de ácido sulfúrico

Los límites superior e inferior de estos intervalos corresponden aproximadamente a la décima parte y al doble del valor límite de exposición diaria VLA-ED (10.2) para un volumen de muestreo de 200 litros de aire. Los datos de validación se incluyen en el anexo A.

Este método no hace distinción entre los aniones provenientes de las nieblas de los ácidos fosfórico y sulfúrico y los fosfatos y sulfatos que pudieran estar presentes simultáneamente en el ambiente de trabajo. Tampoco es posible discriminar entre el ácido fosfórico y el pentóxido de fósforo si se presentan conjuntamente. El método podría ser también aplicable a la determinación de trióxido de azufre si se utilizase un filtro impregnado para captar los vapores de dicho compuesto.

Este método de toma de muestras y análisis se ha desarrollado para determinar concentraciones medias ponderadas en el tiempo de ácido fosfórico y ácido sulfúrico en aire en muestreos personales y en lugares fijos y puede ser utilizado para realizar mediciones para comparar con los valores límite y mediciones periódicas. También podría utilizarse para realizar mediciones para la evaluación aproximada de la concentración media ponderada en el tiempo ( UNE EN 482) (10.1).

### 2 DEFINICIONES

#### 2.1 Fracción inhalable

Es la fracción másica del aerosol total que es inhalada a través de la nariz y boca. UNE-EN 481 (10.9).

#### 2.2 Sesgo

Es la desviación o diferencia de los resultados obtenidos aplicando un procedimiento de medida con respecto al valor aceptado como referencia (10.1).

#### 2.3 Precisión

Es el grado de concordancia entre los resultados obtenidos aplicando el método repetidas veces bajo condiciones determinadas (10.1).

### 3 FUNDAMENTO DEL MÉTODO

Las muestras de nieblas de ácido fosfórico y ácido sulfúrico en aire se obtienen haciendo pasar, con la ayuda de una bomba de muestreo personal, un volumen de 200 litros de aire a través de un filtro de PVC, quedando los ácidos retenidos en el filtro.

Los analitos se extraen con agua en baño de ultrasonidos y la disolución resultante se analiza en un cromatógrafo iónico equipado con detector de conductividad. A partir de las masas de cada ácido en la muestra y de volumen de aire muestreado se obtienen las concentraciones ambientales.

### 4 REACTIVOS Y PRODUCTOS

#### 4.1 Reactivos

Todos los reactivos deben ser de calidad analítica.

#### 4.1.1 Agua purificada

De grado 2 de pureza como mínimo, según ISO 3696 (10.8). Su conductividad eléctrica será menor de 0,1 mS/m, o la resistividad eléctrica será mayor de 0,01 Mohm x m (a 25 °C).

#### 4.1.2 Ácido fosfórico

[H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>] N° CAS - 7664-38-2

NOTA:

SUSTANCIA CORROSIVA. Frases (R) 34. Frases (S) 1/2-26-45. Real Decreto 363/1995 (10.3).

#### 4.1.3 Ácido sulfúrico

[H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>] N° CAS - 7664-93-9

NOTA:

SUSTANCIA CORROSIVA. Frases (R) 14-35-37. Frases (S) 1/2-26-30-45. Real Decreto 363/1995 810.3).

#### 4.1.4 Carbonato de sodio anhidro, pureza superior al 99,5 %

[Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>] N° CAS: 497-19-8

#### 4.1.5 Carbonato ácido de sodio, pureza superior al 99,5 %

[NaHCO<sub>3</sub>] N° CAS: 144-55-8

#### 4.1.6 Fosfato de sodio hidratado, pureza superior al 99 %

[Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> · 12 H<sub>2</sub>O] N° CAS: 10101-89-0

#### 4.1.7 Sulfato de amonio, pureza superior al 99,5 %

[(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>] N° CAS: 7783-20-2

### 4.2 Disoluciones

**4.2.1 Disolución eluyente 0,35 M en Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> y 0,1 M en NaHCO<sub>3</sub>.** Se pesan 3,71 g de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> y 0,84 g de NaHCO<sub>3</sub>, se disuelven en agua en un vaso de precipitado y se llevan hasta 100 ml en un matraz aforado.

**4.2.2 Disolución eluyente de trabajo 3,5 mM en Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> y 1,0 mM en NaHCO<sub>3</sub>.** Se prepara a partir de la disolución concentrada de eluyente (véase 4.2.1), para ello se toman 10 ml de la citada disolución y se completa con agua hasta 1 litro de volumen final.

#### 4.2.3 Disoluciones para la calibración

**4.2.3.1 Disolución primaria de fosfato (PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>) de 1000 µg/ml.** Se disuelven 2,00 g de Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> · 12 H<sub>2</sub>O (véase 4.1.6) en agua diluyendo posteriormente hasta 500 ml.

**4.2.3.2 Disolución primaria de sulfato (SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>) de 1000 µg/ml.** Se disuelven 0,688 g de (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (véase 4.1.7.) en agua y se diluye con la misma agua hasta 500 ml.

**NOTA:** Alternativamente pueden utilizarse disoluciones patrón comerciales de los aniones de interés de una

concentración de 1000 mg/ml. Si se utilizan estas disoluciones se tendrá en cuenta la fecha de caducidad indicada por el fabricante.

#### 4.2.3.3 Disoluciones intermedias para la calibración.

A partir de las disoluciones anteriormente descritas (véase 4.2.3.1 y 4.2.3.2) y mediante las diluciones pertinentes se preparan disoluciones intermedias de 200 µg/ml

#### 4.2.3.4 Disoluciones patrón para la calibración.

A partir de las disoluciones intermedias y mediante las diluciones pertinentes con agua se preparan los patrones de calibración de 1, 5, 10, 20, 30 y 50 µg/ml.

**NOTA:** Las concentraciones de las disoluciones patrón mencionadas corresponden a los aniones fosfato y sulfato y con ellas se efectúa la calibración. Para obtener la concentración de los respectivos ácidos habrá que aplicar un factor de corrección, tal como se indica en 8.2.

## 5 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 todo el tiempo de muestreo requerido. El caudal de la bomba debe mantenerse constante dentro de un intervalo de ± 5% del caudal fijado durante su calibración.

La bomba cumplirá los requisitos recogidos en UNE EN 1232 (10.4).

**5.1.2 Medidor de caudal externo,** para la calibración de la bomba de muestreo, calibrado frente a un patrón primario (trazable a patrones nacionales o internacionales). Es recomendable la utilización de un medidor de caudal de burbuja ya que sus lecturas son independientes de la temperatura y la presión atmosférica.

**5.1.3 Muestreador,** diseñado para captar la fracción inhalable definida en UNE-EN 481 (10.9), que cumpla con lo establecido en UNE-EN 13205 (10.10) y CEN/TR 15230 (10.11), y que sea compatible con el filtro y el sistema de muestreo utilizado.

**5.1.4 Filtros,** para la captación de la muestra, con una eficacia de retención no inferior al 99,5 % para partículas con un diámetro de difusión de 0,3 µm (2.2 de ISO/TR 7708) (10.6). Los filtros utilizados en este método son de policloruro de vinilo (PVC) de 37 mm de diámetro y 5 µm de tamaño de poro, por considerarlos los más adecuados a tenor de los resultados obtenidos en el ensayo de selección de filtro cuyos resultados se recogen en la tabla 1 del anexo A.

**NOTA:** También podrían usarse otros tipos de filtro con el procedimiento de extracción descrito siempre que ofrezcan una eficacia de retención no inferior al 99 %.

### 5.1.5 Barómetro

### 5.1.6 Termómetro

### 5.1.7 Cronómetro

## 5.2 Aparatos y material para el análisis

**5.2.1 Cromatógrafo iónico Dionex DX-600** equipado con inyector automático y detector de conductividad.

**5.2.2 Precolumna y columna cromatográficas** apropiadas para el equipo utilizado tales como AG-14 y AS-14 de Dionex respectivamente.

**5.2.3 Membrana** de supresión química ASRS-ULTRA II 4 mm.

### 5.2.4 Sistema de tratamiento de datos

### 5.2.5 Baño de ultrasonidos

**5.2.6 Material de vidrio de borosilicato 3.3** de acuerdo con ISO 3585 (10.7).

**5.2.7 Pipetas y material volumétrico de precisión** para la preparación de disoluciones de trabajo.

**5.2.8 Jeringas** conteniendo filtros de membrana desechables para la filtración de las disoluciones.

**5.2.9 Filtros de membrana desechables** para cromatografía iónica de 25 µm de diámetro y 0,45 µm de tamaño de poro.

**5.2.10 Balanza analítica**, con una precisión de  $\pm 1$  µg como mínimo.

## 6 TOMA DE MUESTRA

**6.1.** Se calibra la bomba de muestreo con un sistema representativo de la toma de muestra real (UNE-EN 1232) (10.4), a un caudal aproximado de 2 l/min, utilizando un dispositivo para la medición precisa del caudal (véase 5.1.2). Se anotan la temperatura y presión ambientales durante la calibración de la bomba de muestreo por si fuera necesario efectuar algún tipo de corrección.

**6.2** Se monta el filtro en un muestreador adecuado (véase 5.1.3). El filtro se manipulará únicamente con pinzas de puntas planas. El muestreador se cerrará con tapones adecuados hasta ser instalado para comenzar el muestreo.

**6.3** Antes de comenzar el muestreo se retiran los tapones que protegen el muestreador y se conecta este a una bomba de muestreo, mediante un tubo flexible asegurándose de que no existen fugas.

**6.4** Para muestreos personales se coloca el muestreador en la zona de respiración del trabajador, por ejemplo, sujeto en la solapa. La bomba de muestreo se sujeta en el cinturón o en cualquier otro lugar de la ropa

del trabajador, procurando evitar estrangulamientos del tubo flexible. En el caso de muestras en emplazamientos fijos, se debe elegir la localización adecuada del muestreo (véase 5.2.2 de UNE - EN 689).

**6.5** Se pone en marcha la bomba para comenzar el muestreo y se anotan el caudal, la hora de comienzo y final de la toma de muestra, y si fuera necesario la temperatura y la presión atmosférica del aire

**6.6** Al finalizar la toma de muestra, se anotan el caudal y el tiempo de muestreo. El caudal se deberá haber mantenido durante la toma de muestra dentro del  $\pm 5$  % del valor nominal. Las muestras no serán válidas si el caudal no se ha mantenido dentro de los límites fijados.

Se retira el muestreador del sistema de muestreo y se vuelven a poner los tapones para cerrarlo.

Se registran la referencia de la muestra y todos los datos del muestreo.

**6.7** Por cada lote de muestras tomadas en las mismas condiciones se adjuntarán 1 ó 2 filtros que serán etiquetados como blancos. Estos filtros 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 al menos un filtro blanco por cada 10 filtros de muestra.

**6.8** Las muestras se enviarán lo antes posible al laboratorio, pudiendo almacenarse a temperatura ambiente. El envío de las muestras debe efectuarse en recipientes adecuados, para prevenir posibles daños o pérdidas de muestra durante el transporte. El análisis se llevará a cabo dentro de los 14 días siguientes siguientes a la toma de muestra (véase la tabla 4 del anexo A).

## 7 PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS

### 7.1 Condiciones cromatográficas

Unas condiciones típicas de trabajo para el cromatógrafo iónico equipado según se indica en el apartado (5.2) serían las siguientes:

Caudal de la bomba:	1,2 ml/min
Intensidad aplicada (supresora):	24 mA
Temperatura del horno:	35 °C
Eluyente: Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> /NaHCO <sub>3</sub>	3,5 mM/1,0 mM
Volumen de inyección:	25 µl

### 7.2 Preparación de patrones de calibración

La concentración de los patrones de calibración deberá ser tal que la concentración de las muestras a analizar se encuentre siempre dentro del intervalo que cubren dichos patrones. Para los intervalos de trabajo descritos en el método se recomiendan las siguientes concentraciones: 1; 5; 10; 20, 30 y 50 µg/ml que corresponden a

concentraciones ambientales de 0,05; 0,25; 0,5; 1; 1,5 y 2,5 mg/m<sup>3</sup> para una muestra de 200 l.

### 7.3 Preparación de muestras

**7.3.1** Se abre el muestreador, se extrae el filtro de PVC con la ayuda de unas pinzas de puntas planas y se deposita en un vaso de precipitado de 100 ml.

**7.3.2** Se añaden al vaso que contiene el filtro aproximadamente 4 ml de agua (4.1.1).

**7.3.3** Se introduce el vaso de precipitado en un baño de ultrasonidos donde se mantendrá durante aproximadamente 15 minutos. Posteriormente se extrae el vaso del baño y se permite que alcance la temperatura ambiente.

**7.3.4** Se extrae el contenido del vaso filtrando a través de un filtro de membrana desechable (véase 5.2.9) dispuesto en una jeringa. Se añaden sobre el vaso sucesivas porciones de agua para completar la extracción. El contenido del filtrado es aforado finalmente a 10 ml con agua.

**7.3.5** La muestra así preparada está ya lista para ser introducida en el cromatógrafo iónico.

### 7.4 Análisis de los patrones y muestras

**7.4.1** Se inyectan 25 µl de las disoluciones resultantes de la preparación de los patrones descritos en el apartado 7.2. Los valores de área de pico obtenidos para los patrones de calibración se representan frente a sus respectivas concentraciones, obteniéndose así la curva de calibración.

$$A = m(c) + b$$

donde:

- A es el de área de pico obtenida en el análisis cromatográfico de las muestras,
- c es la concentración de los aniones fosfato o sulfato en las disoluciones de muestra, expresada en µg / ml de disolución,
- m es la pendiente de la recta de calibración,
- b es la ordenada en el origen.

**7.4.2** Se inyectan 25 µl de las disoluciones resultantes de la extracción de las muestras preparadas según 7.3 en el cromatógrafo iónico y se procede a sus análisis con el programa establecido.

**7.4.3** La concentración de analito presente en las muestras se obtiene interpolando el valor del área de pico obtenido en el análisis cromatográfico en la gráfica de calibración obtenida en el apartado 7.4.1.

## 8 CÁLCULOS

### 8.1 Determinación de la cantidad de sulfato o fosfato presente en la muestra

Una vez determinada la concentración de cada anión en la disolución de muestra, se calcula la cantidad total en el filtro multiplicando por el volumen total de la preparación que es de 10 ml.

### 8.2 Aplicación del factor de conversión fosfato/ácido fosfórico y sulfato/ácido sulfúrico

Las concentraciones a las que se ha hecho alusión hasta el momento corresponden en realidad a las de los aniones fosfato y sulfato a partir de los cuales han sido preparadas las disoluciones patrón, por lo que para referir las concentraciones a sus correspondientes ácidos es necesario multiplicar la concentración de los aniones por un factor de corrección, que será de 98/95 = 1,031 para la conversión de fosfato a ácido fosfórico y de 98/96 = 1,021 para la conversión de sulfato a ácido sulfúrico.

### 8.3 Determinación de la concentración de ácido en el aire muestreado

Se calcula la concentración de cada ácido en el aire muestreado, en miligramos por metro cúbico, por medio de la siguiente expresión:

$$C = \frac{m}{V}$$

donde:

- C es la concentración de ácido en el aire muestreado en mg/m<sup>3</sup>
- m es la cantidad total de ácido presente en el filtro en mg
- V es el volumen de aire muestreado en m<sup>3</sup>

## 9 PRECISIÓN

La precisión y el sesgo correspondientes a la parte analítica del método se determinaron a partir de los datos intralaboratorio obtenidos en un ensayo con muestras adicionadas con cantidades conocidas de los aniones de los ácidos de interés. La precisión, en términos de desviación estándar relativa resultó ser inferior al 4 % en todo el intervalo de aplicación del método. El sesgo resultó ser inferior al 7 % en el intervalo comprendido entre 0,1 y 2 veces el VLA-ED (véase la tabla 3 del anexo A).

## 10 BIBLIOGRAFÍA

**10.1** UNE EN 482:1995. **Atmósferas en el lugar de trabajo. Requisitos generales relativos al funcionamiento de los procedimientos para la medición de agentes químicos.**

**10.2** Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo. **Límites de exposición profesional para Agentes Químicos en España 2001-2002.** Ministerio de Trabajo y Asuntos Sociales.

**10.3** Real Decreto 363/1995 de 10 de marzo (B.O.E. 5.6.95) . **Reglamento sobre notificación de sustancias nuevas y clasificación, envasado y etiquetado de sus-**

**tancias peligrosas.** Modificado el Anexo 1 por la Orden de 13.9.95 (B.O.E. 19.9.95).

**10.4 UNE EN 1232. Atmósferas en el lugar de trabajo. Bombas para muestreos personales de agentes químicos.**

**10.5 UNE EN 689. Atmósferas en el lugar de trabajo. Directrices para la evaluación de la exposición por inhalación de agentes químicos para la comparación con los valores límite y estrategia de la medición.**

**10.6 ISO 7708:1995, Air quality — Particle size fraction definitions for health-related sampling.**

**10.7 ISO 3585:1998, Glass plant, pipelines and fittings — Properties of borosilicate glass 3.3.**

**10.8 ISO 3696:1987, Water for laboratory use — Specifications and test methods.**

**10.9 UNE EN 481:1993. Atmósferas en el lugar de trabajo. Definición de las fracciones por el tamaño de la partículas para la medición de aerosoles.**

**10.10 UNE-EN 13205:2002. Evaluación del funcionamiento de los instrumentos para la medición de concentraciones de aerosoles.**

**10.11 CEN/TR 15230. Workplace atmospheres – Guidance for sampling of inhalable, thoracic and respirable aerosol fractions.**

**10.12 Workplace air. Determination of inorganics acids by ion chromatography. Part 1: Non volatile acids (sulfhuric acid and phosphoric acid). ISO TC 146/SC 2/WG 2 N 288.**

**10.13 National Institute for Occupational Safety and Health. Manual of Analytical. Methods. 4ª ed. Method 1450.**

**10.14 Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG). Analysis of Hazadouses Substances in Air, Volume 6, Inorganic Acids Mist, Wiley-VCH (2002).**

**10.15 MetroPol, Metrologie des polluants, Institut National de Recherche et de Sécurité, CD-ROM, Fiche Nr. 009, Nancy (2003).**

**10.16 Occupational Safety and Health Administration. Sampling and Analytical Methods. Acids mist in workplace atmospheres. ID-165SG.**

**10.17 Dionex Quality Assurance Report. Serial N° 14641.**

## ANEXO A

### Validación del método

En este apartado se muestran los datos obtenidos durante el proceso de validación del método para la determinación de ácido fosfórico y ácido sulfúrico, siguiendo los criterios generales del INSHT para validación de métodos de toma de muestra y análisis. La validación ha sido llevada a cabo únicamente para la parte analítica del método.

#### A.1 Selección del filtro (Tabla 1)

Con el fin de encontrar el tipo de filtro más adecuado para la captación de los ácidos se ensayaron filtros de fibra de cuarzo de 37 mm de diámetro; de teflón (PTFE) de 37 mm de diámetro y 1 mm de tamaño de poro; y de policloruro de vinilo (PVC) de 37 mm de diámetro y 5 µm de tamaño de poro. En todos ellos se procedió al estudio de la recuperación de los ácidos a partir de muestras adicionadas con cantidades conocidas de los mismos. A tenor de los resultados obtenidos (véase Tabla 1) fue seleccionado el filtro de PVC, con el que se efectuó la validación del método.

#### A.2 Cálculo de los límites de detección y cuantificación (Tabla 2)

Con el fin de obtener el valor de los límites de detección y cuantificación que permitiesen establecer el límite inferior del intervalo de trabajo, siguiendo el criterio de la IUPAC, se realizó un ensayo con diez filtros en blanco adicionados con una pequeña cantidad de los ácidos (20 µg/filtro). Los filtros fueron analizados en una curva de calibración de patrones de baja concentración (1, 3 y 4 µg/ml).

La medida de la variabilidad de esta muestra de baja concentración, que simula un blanco de muestra, sirvió para determinar el límite de detección y el límite de cuantificación de ambos ácidos. El nivel del límite de cuantificación, estimado para ambos ácidos en 10 µg/muestra, sirvió para establecer el límite inferior del intervalo de aplicación del método, que en términos de concentración fue establecido en 0,05 mg/m<sup>3</sup> para un volumen de aire muestreado de 200 l.

#### A.3 Pruebas intralaboratorio (Tabla 3)

Se llevó a cabo este estudio añadiendo a filtros de PVC cantidades conocidas de los ácidos de interés, a varios niveles que comprenden como mínimo las concentraciones correspondientes a 0,1; 1 y 2 veces el valor límite de exposición diaria VLA-ED.

#### A.4 Conservación de las muestras (Tabla 4)

Para establecer las condiciones ambientales de conservación y el tiempo que las muestras pueden permanecer almacenadas antes de ser analizadas, se ensayaron dos niveles de concentración dentro del intervalo de aplicación del método. Se prepararon, por adición a filtros en blanco, 32 muestras (16 a cada nivel), y por cada nivel fueron analizadas: seis muestras de forma inmediata (24 horas), seis tras siete días de almacenamiento a temperatura ambiente, y seis tras catorce días de almacenamiento en las mismas condiciones.

Se dan por válidos periodos de almacenamiento para los cuales la diferencia porcentual entre los resultados obtenidos tras el análisis realizado de forma inmediata (24 horas) y el realizado tras el periodo de tiempo en estudio no difiera en más de un 10 %. Los resultados se muestran en la tabla 4.



Tabla 1

## Elección del filtro

Compuesto	Filtro	$A_A$ ( $\mu\text{g}/\text{muestra}$ )	$A_R$ ( $\mu\text{g}/\text{muestra}$ )	CV (%)	REC (%)
Fosfato Sulfato	Cuarzo	100,00	97,4 94,7	3,1 2,6	97,4 94,7
Fosfato Sulfato	Teflón	100,00	96,3 95,2	6,3 4,8	96,3 95,2
Fosfato Sulfato	PVC	100,00	101,2 99,3	2,4 1,8	101,2 99,3

$A_A$  es la cantidad de analito añadida a los filtros, 100  $\mu\text{g}/\text{muestra}$ , que para un volumen de 200 l de aire, equivaldría a una concentración de 0,5  $\text{mg}/\text{m}^3$ ,

$A_R$  es la cantidad recuperada en dichos filtros,

CV es el coeficiente de variación,

REC es la recuperación media.

Tabla 2

## Cálculo de los límites de detección y cuantificación

Replicas (n)	Fosfato ( $\mu\text{g}/\text{muestra}$ )	Sulfato ( $\mu\text{g}/\text{muestra}$ )
1	21,0	19,7
2	18,7	20,1
3	18,2	19,4
4	18,7	22,2
5	20,2	19,7
6	18,4	19,8
7	19,0	19,9
8	20,0	20,2
9	18,7	20,3
10	18,7	19,9
$(\bar{X})$	19,2	20,2
DE	0,930	0,803
CV	4,8	3,9
LD (3 DE)	2,8	2,4
LQ (10 DE)	9,3	8,0

$\bar{X}$  es el valor medio de las réplicas,

DE es la desviación estándar,

CV es el coeficiente de variación,

LD es el límite de detección,

LQ es el límite de cuantificación.

Tabla 3

## Estudio Intralaboratorio

Compuesto	A <sub>A</sub> (µg/muestra)	A <sub>R</sub> (µg/muestra)	C <sub>A</sub> (mg/m <sup>3</sup> )	C <sub>R</sub> (mg/m <sup>3</sup> )	CV (%)	SESGO (%)
Fosfato	15,0	16,16	0,075	0,083	2,3	+ 10,7
Sulfato	15,0	16,16	0,075	0,083	2,5	+ 11,0
Fosfato	50,0	46,9	0,25	0,234	2,7	- 6,2
Sulfato	50,0	46,5	0,25	0,232	1,3	- 7,0
Fosfato	150,0	147,0	0,75	0,735	2,1	- 2,0
Sulfato	150,0	145,5	0,75	0,727	1,2	- 3,0
Fosfato	220,0	224,8	1,10	1,124	1,6	+ 2,1
Sulfato	220,0	220,2	1,10	1,101	1,6	+ 0,9
Fosfato	400,0	393,9	2,00	1,969	1,5	- 1,5
Sulfato	400,0	391,6	2,00	1,958	2,3	- 2,1

A<sub>A</sub> es la cantidad de analito añadida a los filtros,

A<sub>R</sub> es la cantidad recuperada en dichos filtros,

C<sub>A</sub> es la concentración resultante de la adición al filtro (para un volumen de muestra de 200 l),

C<sub>R</sub> es la concentración media recuperada en dichos filtros,

CV es el coeficiente de variación,

SESGO es el sesgo relativo expresado como:  $100 \times |CR-CA|/CA$ .

Tabla 4

## Estudio de estabilidad de las muestras

Compuesto	Días	A <sub>A</sub> (µg/muestra)	A <sub>R</sub> (t días) (µg/muestra)	CV (%)	Dif. (%)
Fosfato	Inmediato T ambiente	50	46,9	2,7	
		150	145,9	2,1	
Sulfato	Inmediato T ambiente	50	46,5	1,3	
		150	144,0	1,6	
Fosfato	7 días T ambiente	50	47,3	2,8	+ 0,8
		150	146,7	1,9	+ 0,5
Sulfato	7 días T ambiente	50	47,4	1,9	+ 1,9
		150	145,4	1,0	+ 1,0
Fosfato	14 días T ambiente	50	48,8	3,1	+ 4,0
		150	143,7	1,6	- 1,5
Sulfato	14 días T ambiente	50	46,1	1,7	- 0,8
		150	142,1	0,8	- 1,3

A<sub>A</sub> es la cantidad de analito añadida a los filtros,

A<sub>R</sub> es la cantidad recuperada en dichos filtros,

CV es el coeficiente de variación,

Dif. es la diferencia en porcentaje entre la concentración media recuperada de los filtros, analizados al cabo de t días, y los analizados 24 horas después de la preparación de las muestras,

T es la temperatura de almacenamiento de las muestras.



MTA-MA-060/A05



GOBIERNO  
DE ESPAÑA

MINISTERIO  
DE EMPLEO  
Y SEGURIDAD SOCIAL



INSTITUTO NACIONAL  
DE SEGURIDAD E HIGIENE  
EN EL TRABAJO