

Fuente: Diario Oficial de la Federación

NOM-033- STPS-1993

NORMA OFICIAL MEXICANA. HIGIENE INDUSTRIAL - MEDIO AMBIENTE LABORAL - DETERMINACION DE PLOMO Y COMPUESTOS INORGANICOS DE PLOMO - METODO DE ABSORCION ATOMICA

ARSENIO FARELL CUBILLAS Secretario del Trabajo y Previsión Social, con fundamento en los artículos 16,40 fracciones I y XI de la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal: 512, 523 fracción I, 524 y 527 último párrafo de la Ley Federal del Trabajo, 3o. fracción XI, 38 fracción II, 40 fracciones I y VII, 41 a 47 y 52 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización; 2o., 3o. y 5o. del Reglamento General de Seguridad e Higiene en el Trabajo y 5o. del Reglamento Interior de la Secretaría del Trabajo y Previsión Social, y

CONSIDERANDO

Que con fecha 2 de julio de 1993, en cumplimiento de lo previsto en el artículo 46 fracción I de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, la Secretaría del Trabajo y Previsión Social presentó al Comité Consultivo Nacional de Normalización de Seguridad, Higiene y Medio Ambiente Laboral, el Anteproyecto de la presente Norma Oficial Mexicana;

Que en sesión de fecha 7 de julio de 1993, el expresado Comité consideró correcto el Anteproyecto y acordó que se publicara como Proyecto en el Diario Oficial de la Federación;

Que con fecha 21 de Julio de 1993, en cumplimiento del acuerdo del Comité y de lo previsto en el artículo 47 fracción I de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, se publicó en el Diario Oficial de la Federación el Proyecto de la presente Norma Oficial Mexicana a efecto de que dentro de los siguientes 90 días naturales a dicha publicación, los Interesados presentaran sus comentarios al Comité Consultivo Nacional de Normalización de Seguridad, Higiene y Medio Ambiente Laboral;

Que con fecha 19 de octubre de 1993, venció el término de 90 días naturales previstos en el artículo 47 fracción I de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización sin que el expresado Comité haya recibido comentario alguno al Proyecto de la presente Norma Oficial Mexicana;

Que en atención a las anteriores consideraciones y toda vez que con fecha 26 de octubre de 1993, el Comité Consultivo Nacional de Normalización de Seguridad, Higiene y Medio Ambiente Laboral otorgó la aprobación respectiva se expide la siguiente:

Norma Oficial Mexicana: NOM-033-STPS-1993. Higiene Industrial - Medio Ambiente Laboral - Determinación de Plomo y Compuestos Inorgánicos de Plomo - Método de Absorción Atómica.

0. Introducción.

Substancia: Plomo, compuestos Inorgánicos de plomo.

Medio ambiente: Aire.

Nivel máximo de concentración permisible: El establecido en la NOM-10-STPS (véase apéndice).

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

Rango: 0.128 - 0.399 mg./m³.

Precisión: Coeficiente de variación (CVT): 0.072.

1. Objetivo y Campo de Aplicación.

Esta Norma Oficial Mexicana establece el procedimiento espectrofotométrico de absorción atómica para la determinación de plomo y compuestos Inorgánicos de plomo en el aire en el 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 catodo hueco para plomo.

3. Rango y Sensibilidad.

3.1 Rango.

Este método es válido para un rango de 0.128 a 0.399 mg./m³ usando una muestra de 180 litros a una presión y temperatura atmosférica de 295 K y 101.308 kPa (22 °C y 761 mm. Hg) Bajo las condiciones del tamaño de la muestra (180 litros), el rango de trabajo del método es estimado entre 0.028 y 1.0 mg./m³.

3.2 Sensibilidad.

La sensibilidad del método. utilizando un volumen final de solución de 10 ml, es de 2.3 g de plomo, el cual bajo las condiciones del tamaño de la muestra, corresponde a 0.013 mg./m³, el método puede ser ampliado a valores mayores por disolución de la muestra.

Se pueden realizar mediciones de concentraciones atmosféricas menores, usando un volumen final de solución menor con mayores tiempos de muestreo, o por expansión de la escala que amplíe la respuesta del Instrumental.

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 etilendiamino 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. Precisión y Exactitud.

5.1 El coeficiente de variación (CVT) para el método analítico y el método de muestreo en el rango de 0.128 a 0.399 mg./m³ es de 0.072. Este valor corresponde a una desviación estándar de 0.014 mg./m³ respecto a una concentración de 0.2 mg./m³.

5.2 Se considera que el CVT es una medida satisfactoria tanto para la precisión como exactitud de los métodos de muestreo y el analítico. Puesto que, una eficiencia de recolección de 1.00 fue determinada para el medio de recolección, asumiendo que no existe ninguna Influencia sobre el sistema durante la etapa de muestreo. Aparentemente tampoco existe influencia alguna en los métodos de muestreo y el analítico, por lo cual, no se efectuó algún método analítico de corrección.

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 (véase 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 micras) 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 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 *Una plancha eléctrica 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 grado reactivo.

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 cojín 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 $\pm 5\%$.

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 10 muestras, incluir un filtro 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 Análisis de las muestras.

9.4.1 Transferir cada una de las muestras a un vaso de precipitados de 100 ml limpio.

9.4.2 Incineración húmeda- Tratar la muestra en cada uno de los vasos de precipitados con 2 a 3 ml de ácido nítrico concentrado para destruir la base orgánica del filtro. Cubrirlos posteriormente con el vidrio de reloj y calentar en la plancha eléctrica a 413 K (140°C), dentro de una campaña de extracción de vapores, hasta que la mayor parte del ácido se haya evaporado Repetir este paso dos veces más Con el vaso de precipitados cubierto con el vidrio de reloj, calentar a 673 K (400°C), en la misma forma descrita anteriormente, hasta que una ceniza blanca aparezca.

Usando agua destilada, enjuagar cuidadosamente dentro del vaso de precipitados el material depositado en la parte inferior del vidrio del reloj, también enjuagar los lados del vaso de precipitados, y en seguida la solución se evapora a sequedad.

9.4.3 El plomo y sus compuestos son solubles en ácido nítrico, por lo cual ninguna operación especial se necesita para solubilizarlo.

9.4.4 Enfriar cada uno de los vasos de precipitados y disolver el residuo en 1 ml de ácido nítrico concentrado.

9.4.5 Cuantitativamente transferir las soluciones a un matraz volumétrico de 10 ml. limpio.

9.4.6 Enjuagar cada uno de los vasos de precipitados al menos tres veces con porciones de 2 a 3 ml de agua destilada o desionizada y cuantitativamente transferir cada enjuague a la solución contenida en el matraz volumétrico. Diluir, todas las muestras a 10 ml con agua bidestilada o desionizada.

9.4.7 Aspirar las soluciones dentro de una flama de acetileno-aire de oxidación y registrar la absorbancia a 217 nm La absorbancia es proporcional a la concentración de la muestra y puede ser determinada de una curva de calibración (véase 10.4). Cuando se tienen muy bajas concentraciones en la muestra puede incrementarse la respuesta del Instrumento por la expansión de la escala o la muestra puede ser secada y rediluida a un volumen menor entre 5 y 10 ml antes de la aspiración. En tal caso no usar más solución ácida en el inciso 9.4.4 que la necesaria para efectuar una transferencia cuantitativa. Deben seguirse las recomendaciones del fabricante de este tipo de instrumento para los parámetros específicos de operación.

9.4.8 Los filtros de referencia son analizados de acuerdo a la totalidad del procedimiento descrito anteriormente.

10. Calibración y Patrones.

10.1 Preparar una solución patrón de 100 ppm de plomo; disolviendo 0.1g de plomo metálico en 100 ml de ácido nítrico concentrado y diluir a un litro con agua destilada o desionizada.

10.2 De la solución patrón de 100 g/ml de plomo preparar al menos cinco patrones de trabajo para cubrir un rango entre 10.00 y 100 g/ml. Hacer todas las soluciones patrón con ácido nítrico diluido y almacenar en botellas de Nalgene de 100 ml.

10.3 Aspirar cada una de las muestras y registrar sus absorbancias.

10.4 Debe prepararse una curva de calibración graficando en papel milimétrico, la absorbancia contra concentración de cada uno de los patrones en g/10 ml. Se recomienda correr los patrones, tanto antes como después, del análisis de una serie de muestras para asegurar que las condiciones no han cambiado.

11. Cálculos.

11.1 Leer el peso en µg correspondiente a la absorbancia total, en la curva de calibración Ninguna corrección por volumen se necesita ya que la curva de calibración está basada en µg/ 10 ml.

11.2 Corregir por el filtro de referencia cada una de las muestras, de acuerdo con la expresión siguiente:

$$\mu\text{g} = \mu\text{g} (\text{muestra}) - \mu\text{g} (\text{referencia})$$

Donde:

µg (muestra)= µg encontrados en el filtro de muestreo

µg (referencia) = µg encontrados en el filtro de referencia

11.3 La concentración de la sustancia ánaizada presente en el aire muestreado puede ser expresada en mg/m³ (µg/litro = mg/m³).

$$\text{mg/m}^3 = \frac{\mu\text{g} (\text{ inciso 11.2 })}{\text{Volumen de aire muestreado (litros)}}$$

12. Informe de Evaluación.

De acuerdo a la NOM-10-STPS, Anexo I.

13 Bibliografía.

13.1 Method No 5341. Lead and Inorganic Lead I Compounds, NIOSH, Manual of Analytical Methods U S Departament of Health, Education, and Welfare. Public Health Service, Center for Disease Control National Institute for Ocupational Safety and Health.

13.2 Method No. P&cam 155, Lead and Air.

13.3 NIOSH. Manual of Analytical Methods. Op. Cit.

13.4 Draft Proposal ISO/DP 8518. Work Place Atmospheres Determination of Lead and Particulate Lead Compounds by Atomic Absorption Spectrophotometry International Standarization Organization.

Apéndice.

La presente Norma se expide para ser aplicada en los casos a que se refiere la NOM-010-STPS "Relativa a las condiciones de seguridad e higiene en los centros de trabajo donde se produzcan, almacenen o manejen sustancias químicas capaces de generar contaminación en el medio ambiente laboral".

La vigilancia del cumplimiento de esta Norma Oficial Mexicana corresponde a la Secretaría del Trabajo y Previsión Social.

TRANSITORIOS

PRIMERO.- La presente Norma Oficial Mexicana entrará en vigor al día siguiente de su publicación en el Diario Oficial de la Federación.

SEGUNDO.- Se deroga la Norma Oficial Mexicana NOM-SS-3-1986. Higiene industrial - Medio ambiente laboral - Determinación de plomo y compuestos inorgánicos de plomo - Método de absorción atómica, publicada en el Diario Oficial de la Federación el día 14 de abril de 1986.

Sufragio Efectivo. No Reelección.

México, D.F., a los doce días del mes de noviembre de mil novecientos noventa y tres.- El Secretano del Trabajo y Previsión Social, Arsenio Farell Cubillas.- Rúbrica.