

NTP 64: Toma de muestras de estibamina



Standard sampling method for Stibine
Norme d'échantillonnage de l'hydrogène antimonié

Vigencia	Actualizada por NTP	Observaciones
No válida		
ANÁLISIS		
Criterios legales		Criterios técnicos
Derogados:	Vigentes:	Desfasados: SI
		Operativos:

Redactor:

Antonio Martí Veciana
Ldo. en Ciencias Químicas y Ldo. en Farmacia

CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y ASISTENCIA TÉCNICA - BARCELONA

Esta norma para la toma de muestra de estibamina -en donde se utiliza una solución absorbente para su captación-, se completa con la norma general para la toma de muestra de contaminantes con impingers (NTP 22.82).

Objetivo

Establecer la metodología correspondiente a la toma, transporte y conservación de muestras de estibamina.

Indicar el fundamento del método analítico, su campo de aplicación y sus limitaciones.

Fundamento método analítico

Un volumen de aire conocido se borbotea a través de una solución absorbente de cloruro mercuríco en ácido clorhídrico.

La muestra se trata con sulfato de cerio para oxidar el antimonio trivalente (III) al estado pentavalente (V), destruyéndose el exceso de sulfato de cerio con clorhidrato de hidroxilamina.

El antimonio (V) reacciona con Rodamina B, en presencia de un gran exceso de ión cloruro, formando un complejo coloreado que se extrae con tolueno, midiéndose su absorbancia en un espectrofotómetro UV-Visible o colorímetro a 565 nm.

Campo de aplicación

Abarca el área de la higiene industrial en lo que respecta a la captación y posterior determinación de estibamina. Permite determinar concentraciones de estibamina entre 0,05 y 1 mg/m³ para una muestra de 60 litros de aire. El límite de detección se estima en 0,025 mg/m³ de estibamina, para el volumen de muestreo indicado.

Inconvenientes y limitaciones

La solución absorbente debe manipularse con precaución, ya que es altamente corrosiva y tóxica.

El método es específico para antimonio (V). La captación de otros compuestos de antimonio, solubles en la solución absorbente, originará resultados por exceso.

Equipo y material de muestreo

Bomba de aspiración

Bomba para muestreo personal y ambiental, cuyo caudal se mantenga dentro del valor determinado, con una exactitud de ±5%.

La calibración de la bomba debe realizarse con el mismo tipo de soporte o unidad de captación con el fin de que la pérdida de carga sea similar a la que se tendrá en el muestreo.

Unidad de captación

Impinger.

Se conectan dos impingers en serie, el primero de los cuales estará provisto de borboteador fritado. Cada uno de ellos contendrá 15 ml de solución absorbente.

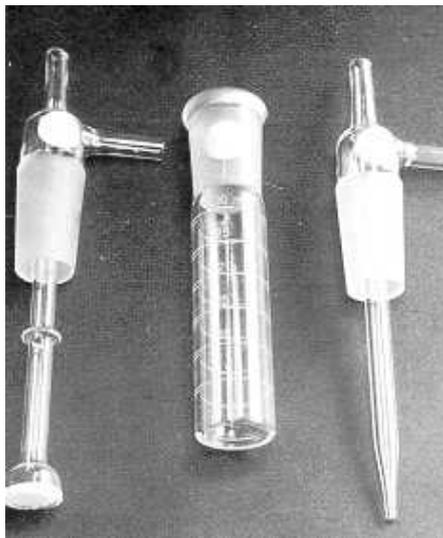


Fig. 1: Piezas componentes de los impingers

Trampa.

Se utiliza un impinger vacío, colocado en serie con los dos impingers de captación e intercalado entre éstos y la bomba para protección de la misma.



Fig. 2: Tren de impingers: borboteador fritado, borboteador normal y trampa

Solución absorbente.

Se disuelven 60 g de cloruro mercuríco en 1 litro de ácido clorhídrico 6N.

Tubo flexible

Cronómetro

Termómetro y manómetro

Condiciones de muestreo

La muestra de aire se toma a un caudal de 1 lpm. El volumen de aire recomendado es de 60 litros.

Procedimiento de muestreo

Colocar 15 ml de solución absorbente en cada uno de los dos impingers destinados al muestreo.

Manipular cuidadosamente la solución absorbente, debido a su elevada toxicidad y alto poder corrosivo.

Situar los impingers y la trampa en soportes adecuados y conectar adecuadamente sus salidas y entradas entre sí, mediante tubo flexible de silicona.

Colocar el tren de captación en la parte anterior de la cintura del operario a muestrea, fijándolo a un cinturón mediante un sistema de sujeción adecuado (pinza, funda o soporte, etc.).

La colocación idónea del tren de captación es a la altura del hombro del operario; sin embargo, sólo es factible en procesos u operaciones que exigen del operario ligeros o suaves movimientos.

Colocar la bomba de aspiración, convenientemente calibrada, en la parte posterior de la cintura del operario a muestrear, fijándola al cinturón.

Conectar la bomba con la salida del tren de impingers, mediante un tubo de plástico de longitud adecuada.



Fig. 3: Equipo de muestreo con impingers

Poner la bomba en funcionamiento e iniciar la captación de la muestra. El aire a muestrear no debe pasar por ningún tubo antes de su entrada al impinger.

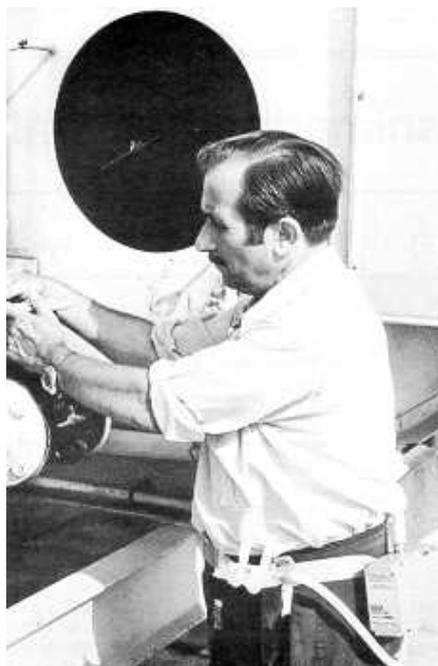


Fig. 4: Toma de muestra con impinger

Vigilar, periódicamente durante la captación, que la bomba funcione correctamente. En el caso de que se aprecien anomalías o variaciones sobre el caudal inicial, volver a recalibrar la bomba o proceder a anular la muestra.

Transcurrido el tiempo de muestreo predeterminado, parar el funcionamiento de la bomba y anotar los datos siguientes: tiempo de muestreo, caudal, temperatura ambiente y presión (si no se puede averiguar la presión, se estimará la altitud de la zona).

Preparar para cada lote de muestras un "impinger blanco". Este impinger, sellado perfectamente, contendrá la misma solución absorbente y el mismo volumen que las muestras, y habrá seguido sus mismas manipulaciones exceptuando el paso de aire a su través. Etiquetarlo con la palabra Blanco.

Transporte y conservación

Los impingers conteniendo las muestras, así como el correspondiente blanco, se trasladan en posición vertical, con sus aberturas de entrada y salida perfectamente tapadas, para evitar pérdidas y contaminaciones.

Siempre que se opte por transferir las soluciones muestra a frascos de vidrio con tapón roscado, se lavará cada impinger dos veces con 1 ó 2 ml de solución absorbente, agrupándose los lavados en sus frascos respectivos. Con el impinger "Blanco" se operará de idéntica forma.

Identificar cada muestra de forma clara, especificando si se trata del 1^{er} o 2^o impinger, cuando la captación haya sido en serie.

Las muestras, contenidas bien en frascos o impingers, deben enviarse o transportarse en recipientes adecuados para prevenir la rotura de sus envases, así como la acción directa de la luz solar.

Las muestras deben remitirse para su análisis al laboratorio con la máxima rapidez posible.

Como precaución general, las muestras se guardarán en nevera y al abrigo de la luz, mientras no sean analizadas.



Fig. 5: Frascos para el transporte de muestras y soluciones absorbentes

Bibliografía

(1) INSHT
Norma HA-229. Deeterminación de Estibamina en aire. Enero, 1979