



**DETERMINACIÓN DE MOLIBDENO EN AIRE.
MÉTODO DE ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA / LLAMA**


[Handwritten signature]

Firma Directora (S)

15- Diciembre -2010

Fecha

1. JUSTIFICACIÓN

El presente documento tiene como finalidad estandarizar los métodos de ensayo vigentes en el territorio nacional enmarcado dentro de la facultad que nos entrega el Decreto Supremo N°594/1999 en el Artículo N°117 que dice; *“El Instituto de Salud Pública de Chile tendrá el carácter de Laboratorio nacional y de referencia en las materias a que se refiere los Títulos IV y V de este Reglamento. Le corresponderá asimismo fijar los métodos de análisis, procedimientos de muestreo y técnicas de medición que deberán emplearse en estas materias”.*

2. OBJETIVO

Determinar la concentración de Molibdeno y sus compuestos iónicos en aire en los lugares de trabajo al que se encuentran expuestos los trabajadores.

3. CAMPO DE APLICACIÓN

Aplicar este procedimiento a las muestras de aire en filtros de ésteres de celulosa ingresadas al Laboratorio de Salud Ocupacional para análisis de Molibdeno en aire.

4. TERMINOLOGÍA

- 4.1. v/v: volumen/volumen
- 4.2. mg/L: miligramos por litro
- 4.3. D.S.: Decreto Supremo
- 4.4. INSHT: Instituto Nacional de seguridad e higiene en el trabajo
- 4.5. LPP: Límite Permisible Ponderado
- 4.6. µg/L: microgramos por litro
- 4.7. mL: mililitro

5. PROCEDIMIENTO

5.1. Metodología

- 5.1.1. Preparación de soluciones.
 - a. Solución de ácido nítrico al 2 % v/v.
 - b. Solución de lantano 2,5 %.
 - c. Solución de cesio 50 mg/ml.
 - d. Curva de calibración (0, 10, 25, 50, 75 y 100 µg/L)

5.1.2. Preparación y análisis de la muestra.

- a. Colocar cada filtro en un vaso precipitado o matraz Phillips.
- b. Añadir ácido nítrico concentrado y calentar en placa calefactora. Repetir si las cantidades de materia orgánica son elevadas.
- c. Agregar ácido nítrico concentrado, y permitir evaporar la mayor parte del líquido sin llegar a sequedad. Retirar la muestra y dejar enfriar.
- d. Transferir cuantitativamente la muestra a un matraz aforado de 25 mL.
- e. Leer la muestra en un espectrofotómetro de Absorción Atómica, usando la banda de 313,3 nm.

5.2. Cálculo de resultados

La concentración de molibdeno medida por el equipo se expresa como $\mu\text{g/L}$. Para el informe de resultados se debe determinar los mg/m^3 de Molibdeno en la muestra utilizando la siguiente fórmula:

$$\text{Mo} = \text{C1} * 1000 / \text{V}$$

Donde:

- C1 : Concentración de Mo $\mu\text{g/L}$
V : Volumen de aire muestreado (m^3)

5.3. Control de calidad

- 5.3.1. El coeficiente de correlación (r^2) de la curva de calibración debe ser igual o mayor a 0,9900.
- 5.3.2. Antes de leer las muestras analizar dos filtros fortificados con solución patrón. Uno de ellos corresponde a una lectura dentro del rango bajo de la curva y el otro debe estar en el rango alto.
- 5.3.3. Analizar el testigo reactivo antes de las muestras verificando la ausencia de interferentes.
- 5.3.4. La medición de cada muestra debe encontrarse dentro del intervalo cubierto por la curva de calibración. En caso de ser ésta mayor a la curva, la medición debe repetirse con una dilución que permita la posterior interpolación de la lectura en la curva de calibración..

6. REFERENCIAS

- 6.1. Normas legales aplicables a la Salud Ocupacional. D.S. N°594, de 1999. "Reglamento sobre condiciones sanitarias y ambientales básicas en los lugares de trabajo"
- 6.2. MTA/MA-025/A92, INSHT, Determinación de metales y sus compuestos iónicos en aire - Método de filtro de membrana /espectrofotometría de absorción atómica. (Modificado)

7. PARTICIPANTES

- 7.1. Daniel Rojo
- 7.2. Marcela González
- 7.3. Carlos Yáñez

8. ANEXOS

8.1. Identificación del analito

Sustancia	N° CAS	Sinónimo	LPP (mg/m ³)	Observaciones
Molibdeno	7439-98-7		8	



DETERMINACIÓN DE METANOL EN AIRE.
METODO DE ADSORCION EN CARBÓN ACTIVADO/CROMATOGRAFÍA DE GASES

MINISTERIO DE SALUD
DIRECCIÓN
Instituto de Salud
Firma Directora (S)

Fecha

1. JUSTIFICACIÓN

El presente documento tiene como finalidad estandarizar los métodos de ensayo vigentes en el territorio nacional enmarcado dentro de la facultad que nos entrega el Decreto Supremo N°594/1999 en el Artículo N°117 que dice; *"El Instituto de Salud Pública de Chile tendrá el carácter de Laboratorio nacional y de referencia en las materias a que se refiere los Títulos IV y V de este Reglamento. Le corresponderá asimismo fijar los métodos de análisis, procedimientos de muestreo y técnicas de medición que deberán emplearse en estas materias"*.

2. OBJETIVO

Determinar la concentración de vapores de metanol presentes en aire de los lugares de trabajo a los cuales se encuentra expuesto el trabajador.

3. CAMPO DE APLICACIÓN

Aplicar este procedimiento a las muestras de aire en tubos de carbón activado ingresadas al Laboratorio para análisis de metanol en aire.

4. TERMINOLOGÍA

- 4.1. CG : Cromatografía de gases.
- 4.2. ED : Eficiencia de desorción.
- 4.3. FID: detector de ionización de llama.
- 4.4. LPP : límite permisible ponderado.
- 4.5. NIOSH : National Institute for Occupational Safety and Health.
- 4.6. NMAM : NIOSH Manual of Analytical Methods.

5. PROCEDIMIENTO

5.1. Metodología

5.1.1. Preparación de soluciones.

- a. Solución de desorción de isopropanol 0,01% en sulfuro de carbono
- b. Solución estándar madre de metanol 0,25% en solución de desorción.
- c. Curva de calibración (0,1 - 0,5 - 1,0 - 1,5 y 2,0 μ L) en 1 mL de Sulfuro de Carbono

5.1.2. Preparación y análisis de la muestra.

- a. Depositar el carbón activado de las muestras en un vial de 2 mL.

- b. Agregar 1 mL de la solución de desorción a cada vial.
- c. Agitar vigorosamente varias veces durante un período de 30 minutos para asegurar máxima desorción. Analizar después de una hora.
- d. Inyectar 1 μL de muestra o estándar más 1 μL de aire en el cromatógrafo gases

5.1.3. Determinación de la eficiencia de desorción.

- a. Vaciar en 5 viales el carbón activado contenido en tubos de muestreo nuevos. Sellar inmediatamente.
- b. Agregar 0, 0,5, 1,0, 1,5 y 2,0 μL de solvente a los viales con carbón y a un grupo de viales sin carbón. Adsorber por lo menos 8 horas, a temperatura ambiente.
- c. Agregar 1 mL de solución de desorción a cada vial y sellar
- d. Sonicar 30-60 min.
- e. Medir en el cromatógrafo el metanol en los viales, calculando la eficiencia de desorción comparando los valores detectados en los viales que contienen carbón con respecto a los que no lo contienen. Se acepta una eficiencia mínima de 0,75.

5.2. Cálculo de resultados

La cantidad de Metanol medida por el equipo se expresa como μL . Para el informe de resultados se debe determinar los mg/m^3 de Butanol en la muestra utilizando la siguiente fórmula:

$$(\text{mg}/\text{m}^3) = \frac{(\mu\text{L} \times d \times 1000)}{\text{ED} \times V}$$

Donde:

- μL : es el volumen de alcohol presente en la muestra
- d : es la densidad (mg/mL) del estándar puro de alcohol
- ED : es la eficiencia de desorción
- V : es el volumen muestreado en litros

5.3. Control de calidad

- 5.3.1. Analizar el Testigo reactivo antes de las muestras verificando la ausencia de interferentes.
- 5.3.2. Analizar un control interno con material de referencia de AIHA.
- 5.3.3. Determinar la eficiencia de desorción por lo menos en uno de los tubos de la curva de calibración.
- 5.3.4. Chequear que la ED sea superior a 0,75.
- 5.3.5. Si es así tomar como correcto el lote de muestras procesadas y corregir con la eficiencia encontrada todas las muestras para el cálculo de la concentración.

6. REFERENCIAS

- 6.1. NIOSH, Manual of Analytical Methods (NMAM), Method 2000: methanol.

- 6.2. DS. N° 594, Aprueba reglamento sobre condiciones sanitarias y ambientales básicas en los lugares de trabajo. Artículo 66°, Límite permisible absoluto, página 24.

7. PARTICIPANTES

- 7.1. Marcela González
7.2. Carlos Yáñez

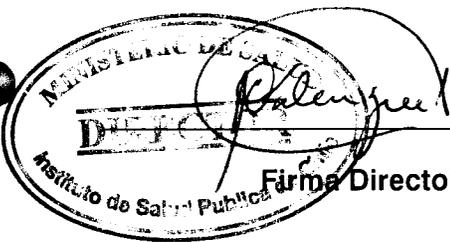
8. ANEXOS

8.1. Identificación del analito

Sustancia	N° CAS	Sinónimo	LPP (mg/m ³)	LPT (mg/m ³)	Observaciones
Metanol	67-56-1	Alcohol metílico Carbinol Monohidroximetano	210	328	



**DETERMINACION DE SILICE LIBRE CRISTALIZADA (CUARZO Y CRISTOBALITA) EN
FRACCION RESPIRABLE.
METODO DEL FILTRO DE MEMBRANA/FTIR-LECTURA DIRECTA**


Firma Directora (S)

5 OCT. 2010

Fecha

1. JUSTIFICACIÓN

El presente documento tiene como finalidad estandarizar los métodos de ensayo vigentes en el territorio nacional enmarcado dentro de la facultad que nos entrega el Decreto Supremo N° 594/1999 en el Artículo N° 117 que dice; *“El Instituto de Salud Pública de Chile tendrá el carácter de Laboratorio nacional y de referencia en las materias a que se refiere los Títulos IV y V de este Reglamento. Le corresponderá asimismo fijar los métodos de análisis, procedimientos de muestreo y técnicas de medición que deberán emplearse en estas materias”*.

2. OBJETIVO

Determinar la concentración de los polimorfos de la sílice libre cristalina (cuarzo y cristobalita) presente en los lugares de trabajo en los cuales se encuentra expuesto el trabajador.

3. CAMPO DE APLICACIÓN

Aplicar este procedimiento a las muestras de aire en fracción respirable captadas con filtros de PVC para análisis de sílice libre cristalina en aire.

4. TERMINOLOGÍA

- 4.1. AIHA: American Industrial Hygiene Association ó Asociación americana de higienistas industriales
- 4.2. FR: fracción respirable.
- 4.3. Fracción respirable del polvo: Fracción másica de las partículas inhaladas que penetran en las vías respiratorias no ciliadas
- 4.4. FTIR: Espectrofotometría Infrarroja con Transformada de Fourier
- 4.5. INSHT: Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo
- 4.6. LPP: Límite permisible ponderado
- 4.7. MRC: Material de referencia certificado
- 4.8. NIOSH: National Institute for Occupational Safety and Health
- 4.9. NIST : National Institute of Standards and Technology
- 4.10. NMAM: NIOSH Manual of analytical methods
- 4.11. Polvo: Suspensión de materia sólida, particulada y dispersa en la atmósfera, producida por procesos mecánicos y/o por el movimiento de aire
- 4.12. Sílice libre: Dióxido de silicio cristalizado en forma de cuarzo, cristobalita o tridimita.
- 4.13. SRM: Standard reference material o Material de Referencia certificado

5. PROCEDIMIENTO

5.1. Metodología

5.1.1. Preparación de soluciones

- Solución madre de cuarzo de 20 µg/mL
- Curva de calibración por depositación (10 - 20 - 40 - 60 - 80 - 100 - 200 µg)

5.1.2. Preparación y análisis de la muestra

- Determinar la masa de la muestra a través de la diferencia de peso entre la masa del filtro muestreado y la masa del filtro virgen.
- Los filtros de PVC deben ser pesados en una sala con condiciones de temperatura y humedad controladas.
- Para la estabilización de los filtros se deben dejar por un período de 24 hrs en la cámara de ambientación.
- Después de realizar la toma de la muestra, los filtros se deben pasar por un eliminador de estática y determinar la masa de polvo recolectado.
- Llevar para análisis de sílice libre cristalizada sólo las muestras que poseen una masa igual o superior a 0,10 mg y máximo 2,0 mg.
- Colocar los filtros de PVC, una vez pesados, en el portamuestra del Espectrofotómetro Infrarrojo.
- Registrar el espectro entre 1000 cm⁻¹ y 600 cm⁻¹.
- Medir la altura del peak de 798 cm⁻¹ (absorbancia) correspondiente a cada muestra.

5.2. Cálculo de resultados

- La cantidad de cuarzo en el filtro se calcula considerando como referencia las líneas de absorbancia del doblete de 800 y 780 cm⁻¹.
- A partir de las absorbancias y sus respectivas concentraciones construir la curva de calibración representando las absorbancias (Abs corregida) frente a la masa (µg) conocida de cuarzo correspondiente a cada estándar.
- Interpolar las absorbancias obtenidas para cada muestra analizada.
- Calcular la concentración de cuarzo y comparar con el límite de exposición.
- La concentración de sílice libre cristalina, C_q expresada en mg/m³, viene dada por el cociente entre la cantidad de sílice libre cristalina, P_q (mg), y el volumen total de aire aspirado, V(L):

$$C_q \text{ (mg/m}^3\text{)} = \frac{(P_q * 1000)}{V}$$

- Si se necesita calcular el porcentaje de cuarzo, %Q, divida el peso de cuarzo P_q (µg), por el peso total de polvo retenido, P_p (µg):

$$\%Q = \frac{P_Q}{P_p} * 100$$

5.3. Control de calidad

- 5.3.1. Analizar una muestra de valor conocido (MRC de AIHA), intercalándola cada 5 muestras desconocidas.
- 5.3.2. Los estándares para calibración se limitan a estándares certificados de NIST (SRM 1878a y 1879a) y USGS (210-75-0043), de pureza y tamaño de partícula conocida y homogeneidad muestra a muestra. Este método es dependiente del tamaño de partícula.
- 5.3.3. Calcular la cantidad de cuarzo en el filtro considerando como referencia las líneas de absorbancia de 800 y 780 cm^{-1} . Si la relación de la absorbancia entre 800 cm^{-1} y 780 cm^{-1} se encuentra fuera del rango entre 1,0 -1,4 el espectro debe ser examinado con mas detención para ver interferencias, en particular cristobalita.

6. REFERENCIAS

- 6.1. Health and Safety Executive, Occupational Medicine and Hygiene Laboratory. "Quartz in respirable airborne dusts", Laboratory method using infra-red spectroscopy (Direct Method), MDHS 37, Methods for the Determination of Hazardous Substances.
- 6.2. INSHT, MTA/MA – 057/A04. Determinación de sílice libre cristalina en materia particulada (fracción respirable) en aire. Método del filtro de membrana/Espectrofotometría de infrarrojos.
- 6.3. Método Fremap, modificado. FTIR/lectura directa para el análisis de sílice cristalina en fracción respirable. Joaquín Serrador Ramo y Lorenzo Sempere Fenoll.
- 6.4. Normas legales aplicables a la Salud Ocupacional. D.S. N°594, de 1999. Reglamento sobre condiciones sanitarias y ambientales básicas en los lugares de trabajo. Actualizado al 10.11.03. Artículo 66, página 181.
- 6.5. NIOSH, Manual of Analytical Methods (NMAM), Method 7602; Silica, crystalline by IR (KBr Pellet).
- 6.6. Subsecretaría del Trabajo, Seguridad y Previsión Social de México; Normatividad; Procedimiento N° 73: "Determinación de sílice cristalina en aire- Método espectrofotométrico de Absorción Infrarroja".
- 6.7. Talvitie N.A. "Determination of Quartz en the presence of Silicates using Phosphoric Acid, Anal. Chem., 23, 623-626 (1951).

7. PARTICIPANTES

- 7.1. Marcela González
- 7.2. Carlos Yáñez

8. ANEXOS

8.1. Identificación del analito

Sustancia	# CAS	Sinónimos	LPP mg/m ³	Observaciones
Cuarzo	14808-60-7	Sílice libre cristalina, dióxido de silicio.	0,08	FR
Cristobalita	14464-46-1	Sílice libre cristalina, dióxido de silicio.	0,04	FR

8.2. Interferencias

Cuando están juntos el cuarzo y la cristobalita pueden determinarse utilizando bandas menos sensibles a 695 cm⁻¹ (cuarzo) y 625 cm⁻¹ (cristobalita). La tridimita puede ser determinada únicamente en ausencia de las otras dos formas cristalinas y se encuentra en raras ocasiones en muestras tomadas en el campo de la higiene industrial. Los silicatos que interfieren pueden removerse utilizando un procedimiento de limpieza a base de ácido fosfórico.

La cristobalita y la tridimita interfieren positivamente en el peak de 800 cm⁻¹, aunque raramente están presentes en muestras tomadas en el sector de la higiene industrial.

La caolinita, un compuesto común del carbón, cuando se encuentra presente en cantidades importantes, puede interferir cuando se utiliza la calcinación con plasma RF.

La calcita, en cantidades mayores al 20 % de la carga total de polvo, puede interferir al reaccionar con el cuarzo durante la calcinación en la mufla.

La sílice amorfa puede interferir si se encuentra presente en grandes cantidades. Esta interferencia se puede minimizar teniendo en cuenta su amplia banda de absorbancia cuando se trace la línea de referencia.

El cuarzo es un componente común del suelo, las rocas, la arena, el cemento, los fundentes, los abrasivos, el vidrio, la porcelana, las pinturas y el ladrillo. La cristobalita es menos común y se encuentra en rocas y suelos volcánicos y se puede formar en procesos que requieren de altas temperaturas como los procesos de fundición, calcinación de tierra diatomácea, fabricación de ladrillos y cerámica y en la producción de carburo de silicio. La tridimita se encuentra con muy poca frecuencia, pero está presente en algunas rocas y suelos volcánicos.

11



**DETERMINACION DE p,p-DIFENILMETANO DIISOCIANATO.
METODO DE IMPINGER/ESPECTROFOTOMETRIA UV-VIS.**



MINISTERIO DE SALUD
DIRECCION
Instituto de Salud Pública

[Handwritten Signature]

Firma Directora (S)

[Handwritten Date]

Fecha

1. JUSTIFICACIÓN

El presente documento tiene como finalidad estandarizar los métodos de ensayo vigentes en el territorio nacional enmarcado dentro de la facultad que nos entrega el Decreto Supremo N° 594/1999 en el Artículo N° 117 que dice; *"El Instituto de Salud Pública de Chile tendrá el carácter de Laboratorio nacional y de referencia en las materias a que se refiere los Títulos IV y V de este Reglamento. Le corresponderá asimismo fijar los métodos de análisis, procedimientos de muestreo y técnicas de medición que deberán emplearse en estas materias"*.

2. OBJETIVO

Determinar la concentración de vapores en aire de p,p-difenilmetano diisocianato (MDI) presente en los lugares de trabajo en los cuales se encuentra expuesto el trabajador.

3. CAMPO DE APLICACIÓN

Aplicar este procedimiento a las muestras de aire en impinger ingresadas al laboratorio para análisis de MDI en aire.

4. TERMINOLOGÍA

- 4.1. MDI: p,p-difenilmetano diisocianato
- 4.2. MDA: 4,4'-metilendianilina
- 4.3. LPP: límite permisible ponderado.
- 4.4. NIOSH: National Institute for Occupational Safety and Health.
- 4.5. NMAM: NIOSH Manual of Analytical Methods.
- 4.6. HCl: ácido clorhídrico
- 4.7. HAc: ácido acético

5. PROCEDIMIENTO

5.1. Metodología

- 5.1.1. Preparación de soluciones.
 - a. Solución absorbente 3,5% HCL y 2,2% HAc
 - b. Solución mezcla de nitrito de sodio al 3 % y bromuro de sodio al 5 %
 - c. Acido sulfámico 10 % p/v
 - d. Solución de N-(1-Naftil) etilendiamonio dicloruro 0,1 % p/v.
 - e. Solución de carbonato de sodio al 16 % p/v
 - f. Solución estándar A de MDA (300 µg/mL)

- g. Solución estándar B de MDA (3 µg/mL)
- h. Curva de calibración (0, 3, 6, 15 y 30 µg de MDA por 15 ml solución absorbente)

5.1.2. Preparación y análisis de la muestra

- a. El responsable de preparar las muestras es el técnico designado.
- b. A la solución contenida en los impingers (15 mL), incluido el testigo reactivo, se le adiciona 0,5 ml de solución nitrito de sodio 3 % - bromuro de sodio 5 %, agitar suavemente y esperar 2 minutos.
- c. Agregar 1ml de solución de ácido sulfámico 10 % p/v, agitar por 30 segundos y esperar 2 minutos para destruir el exceso de ácido nitroso presente.
- d. Adicionar 1,5 ml de solución de carbonato de sodio 16 % p/v y agitar vigorosamente para remover el N₂ y O₂ de la solución.
- e. Agregar 1ml de la solución de N-(1-Naftil) etilendiamonio dicloruro 0,1 % p/v, agitar y esperar 15 a 20 minutos para el desarrollo de color*.
- f. Agregar agua bidestilada para ajustar el volumen a 20 ml en el impinger. Mezclar.
- g. Leer las absorbancias contra un blanco a 555 nm en el espectrofotómetro UV-Visible.

5.2.- Cálculo de resultados

- 5.2.1. Calcular la masa de MDA en el impinger por interpolación en la curva de calibración.
- 5.2.2. Determinar los mg/m³ de MDI en la muestra dividiendo los µg de MDA por los litros de aire muestreado según la siguiente fórmula:

$$(\text{mg/m}^3) = \frac{(\mu\text{g de MDA})}{V (\text{lt})}$$

Donde:

µg: es la masa de MDA presente en la muestra
V: es el volumen muestreado en lt.

5.3.- Control de Calidad

- 5.3.1. El coeficiente de correlación (R²) de la curva de calibración debe ser igual o mayor a 0,99.
- 5.3.2. Analizar el testigo reactivo antes de las muestras, verificando la ausencia de interferentes.
- 5.3.3. Analizar una solución estándar o una muestra de valor conocido intercalándola cada 5 muestras desconocidas.
- 5.3.4. La lectura obtenida para la muestra, debe encontrarse dentro del intervalo cubierto por la curva de calibración. En caso de ser ésta mayor al punto superior de la curva, la muestra debe diluirse para obtener una lectura que permita la posterior interpolación en la curva.

6.- REFERENCIAS

- 6.1. DS. N° 594, Aprueba reglamento sobre condiciones sanitarias y ambientales básicas en los lugares de trabajo.
- 6.2. NIOSH, Manual of Analytical Methods (NMAM), Method 142.

7.- PARTICIPANTES

- 7.1. Marcela González
- 7.2. Carlos Yáñez

8.- ANEXOS

8.1. Identificación del analito

Sustancia	N° CAS	Sinónimo	LPP mg/m ³	Observaciones
p,p'-difenilmetano diisocianato	101-68-8	Metilen bisfenil isocianato, MBI,	0,04	

**DETERMINACION DE FORMALDEHIDO EN AIRE.
METODO DE SILICA GEL/CROMATOGRAFIA GASEOSA.**



MINISTERIO DE SALUD
INSTITUTO DE SALUD PÚBLICA
Firma Directora (S)

15 MAR. 2010

Fecha

1. JUSTIFICACIÓN

El presente documento tiene como finalidad estandarizar los métodos de ensayo vigentes en el territorio nacional enmarcado dentro de la facultad que nos entrega el Decreto Supremo N° 594/1999 en el Artículo N° 117 que dice; *“El Instituto de Salud Pública de Chile tendrá el carácter de Laboratorio nacional y de referencia en las materias a que se refiere los Títulos IV y V de este Reglamento. Le corresponderá asimismo fijar los métodos de análisis, procedimientos de muestreo y técnicas de medición que deberán emplearse en estas materias”*.

2. OBJETIVO

Determinar la concentración de Formaldehído en aire presente en los lugares de trabajo en los cuales se encuentra expuesto el trabajador.

3. CAMPO DE APLICACIÓN

Aplicar este procedimiento a las muestras de aire contenidas en los tubos de sílica gel ingresados al Laboratorio para el análisis de Formaldehído en aire.

4. TERMINOLOGÍA

- 4.1. CG: cromatografía gaseosa
- 4.2. FID: detector de ionización de llama
- 4.3. DNPH: 2,4-dinitrofenilhidrazina
- 4.4. LPA: límite permisible absoluto
- 4.5. ED: eficiencia de desorción
- 4.6. NIOSH: National Institute for Occupational Safety and Health.
- 4.7. NMAM: NIOSH Manual of Analytical Methods.

5. PROCEDIMIENTO

5.1. Metodología

5.1.1. Preparación de soluciones.

- a. Solución estándar madre formaldehído 1 mg/L estandarizada.
- b. Solución Sulfito de Sodio 1,13 M
- c. Curva de calibración 8, 32, 80, 120 mg/L de formaldehído estandarizado.

5.1.2. Preparación y análisis de la muestra

- a. Desorber los tubos con formaldehído con 10 mL de acetonitrilo.

- b. Inyectar en el cromatógrafo gaseoso con detector FID, 2 µL de la mezcla anterior.
- c. Calcular la eficiencia de desorción.

5.2.- Cálculo de resultados

- 5.2.1. Calcular la concentración de formaldehído en los tubos de sílica gel por interpolación en la curva de calibración.
- 5.2.2. Determinar los mg/m³ de formaldehído en la muestra dividiendo los µg de formaldehído por los litros de aire muestreado según la siguiente fórmula:

$$(\text{mg/m}^3) = \frac{(\mu\text{g de formaldehído})}{V (\text{lt})}$$

Donde:

- µg : es la masa de formaldehído presente en la muestra
- V : es el volumen muestreado en lt.

5.3.- Control de Calidad

- 5.3.1. El coeficiente de correlación (R²) de la curva de calibración debe ser igual o mayor a 0,99.
- 5.3.2. Analizar el testigo reactivo antes de las muestras, verificando la ausencia de interferentes.
- 5.3.3. Analizar una solución estándar o una muestra de valor conocido intercalándola cada 5 muestras desconocidas.
- 5.3.4. La lectura obtenida para la muestra, debe encontrarse dentro del intervalo cubierto por la curva de calibración. En caso de ser ésta mayor al punto superior de la curva, la muestra debe diluirse para obtener una lectura que permita la posterior interpolación en la curva.

6.- REFERENCIAS

- 6.1 Métodos Analíticos de NIOSH. Método 2016 del 15 de Marzo de 2003.
- 6.2 Alternative analysis of Formaldehyde-DNPH and other carbonyl-DNPH derivatives by capillary CG.
- 6.3 D.S. N° 594, Aprueba reglamento sobre condiciones sanitarias y ambientales básicas en los lugares de trabajo.

7.- PARTICIPANTES

- 7.1. Andrea Droppelmann
- 7.2. Marcela González
- 7.3. Carlos Yáñez

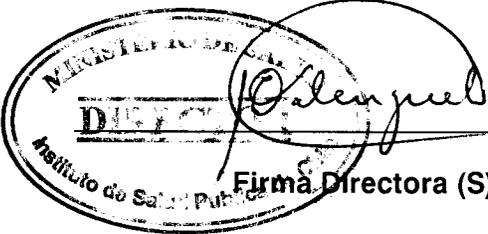
8.- ANEXOS

8.1. Identificación del analito

Compuesto	Nº CAS	Sinónimo	LPA (mg/m ³)
Formaldehído	50-00-0	Aldehído fórmico; Óxido de metileno; Metanaldehído; Oxometano; Formol.	0,37



DETERMINACION DE 2,4-TOLUENDIISOCIANATO EN AIRE (TDI).
METODO DE IMPINGER/ESPECTROFOTOMETRIA UV-VIS.


Firma Directora (S)


Fecha

1. JUSTIFICACIÓN

El presente documento tiene como finalidad estandarizar los métodos de ensayo vigentes en el territorio nacional enmarcado dentro de la facultad que nos entrega el Decreto Supremo N° 594/1999 en el Artículo N° 117 que dice; *“El Instituto de Salud Pública de Chile tendrá el carácter de Laboratorio nacional y de referencia en las materias a que se refiere los Títulos IV y V de este Reglamento. Le corresponderá asimismo fijar los métodos de análisis, procedimientos de muestreo y técnicas de medición que deberán emplearse en estas materias”*.

2. OBJETIVO

Determinar la concentración de vapores en aire de 2,4-toluendiisocianato (TDI) presente en los lugares de trabajo en los cuales se encuentra expuesto el trabajador.

3. CAMPO DE APLICACIÓN

Aplicar este procedimiento a las muestras de aire en impinger ingresadas al laboratorio para análisis de TDI en aire.

4. TERMINOLOGÍA

- 4.1. TDI: 2,4-toluendiisocianato
- 4.2. TDA: 2,4-toluendiamina
- 4.3. LPP: límite permisible ponderado.
- 4.4. NIOSH: National Institute for Occupational Safety and Health.
- 4.5. NMAM: NIOSH Manual of Analytical Methods.
- 4.6. HCl: ácido clorhídrico
- 4.7. HAc. ácido acético

5. PROCEDIMIENTO

5.1. Metodología

5.1.1. Preparación de soluciones.

- a. Solución absorbente 3,5% HCL y 2,2% HAc
- b. Solución mezcla de nitrito de sodio al 3 % y bromuro de sodio al 5 % p/v.
- c. Acido sulfámico 10 % p/v
- d. Solución de N-(1-Naftil) etilendiamonio dicloruro 0,1 % p/v.
- e. Solución estándar A de TDA (200 µg/mL)
- f. Solución estándar B de TDA (2 µg/mL)

g. Curva de calibración (0, 2, 4, 6 y 10 µg de TDA por 15 ml solución absorbente)

5.1.2. Preparación y análisis de la muestra

- a. A la solución contenida en los impingers (15 mL), incluido el testigo reactivo, se le adiciona 0,5 ml de solución nitrito de sodio 3 % - bromuro de sodio 5 % p/v, agitar suavemente y esperar 2 minutos.
- b. Agregar 1ml de solución de ácido sulfámico 10 % p/v, agitar por 30 segundos y esperar 2 minutos para destruir el exceso de ácido nitroso presente.
- c. Agregar 1ml de la solución de N-(1-Naftil) etilendiamonio dicloruro 0,1 % p/v, agitar y esperar 5 minutos para el desarrollo de color azul-rojizo*.
- d. Agregar agua bidestilada para ajustar el volumen a 20 ml en el impinger. Mezclar.
- e. Leer las absorbancias contra un blanco a 550 nm en el espectrofotómetro UV-Visible.

* Cualquiera amina aromática libre puede generar una interferencia positiva, inclusive el MDI, por lo tanto el método no es específico para TDI. Sin embargo, el desarrollo de color para MDI demora más de 1 hora por lo que si las lecturas son realizadas oportunamente este interferente no es un problema.

5.2.- Cálculo de resultados

5.2.1. Calcular la masa de TDA en el impinger por interpolación en la curva de calibración.

5.2.2. Determinar los mg/m³ de TDI en la muestra dividiendo los µg de TDA por los litros de aire muestreado según la siguiente fórmula:

$$(\text{mg/m}^3) = \frac{(\mu\text{g de TDA})}{V (\text{lt})}$$

Donde:

µg: es la masa de TDA presente en la muestra

V: es el volumen muestreado en lt.

5.3.- Control de Calidad

5.3.1. El coeficiente de correlación (R²) de la curva de calibración debe ser igual o mayor a 0,99.

5.3.2. Analizar el testigo reactivo antes de las muestras, verificando la ausencia de interferentes.

5.3.3. Analizar una solución estándar o una muestra de valor conocido intercalándola cada 5 muestras desconocidas.

5.3.4. La lectura obtenida para la muestra, debe encontrarse dentro del intervalo cubierto por la curva de calibración. En caso de ser ésta mayor al punto superior de la curva, la muestra debe diluirse para obtener una lectura que permita la posterior interpolación en la curva.

6.- REFERENCIAS

- 6.1. DS. N° 594, Aprueba reglamento sobre condiciones sanitarias y ambientales básicas en los lugares de trabajo.
- 6.2. NIOSH, Manual of Analytical Methods (NMAM), Method 141

7.- PARTICIPANTES

- 7.1. Marcela González
- 7.2. Carlos Yáñez

8.- ANEXOS

8.1. Identificación del analito

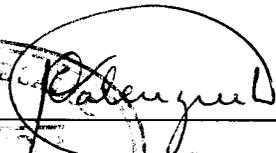
Sustancia	N° CAS	Sinónimo	LPP mg/m ³	Observaciones
2,4- toluendiisocianato	584-84-9	2,4-TDI; 2,4- bis(carbonilamin o) tolueno; 2,4- tolileno diisocianato	0,03	



04.ABR.2011 0643

**Instituto de
Salud Pública**
Chile

**DETERMINACIÓN DE BUTANOL EN AIRE.
METODO DE ADSORCION EN CARBÓN ACTIVADO/CROMATOGRAFÍA DE GASES**


Firma Directora (S)



Fecha

1. JUSTIFICACIÓN

El presente documento tiene como finalidad estandarizar los métodos de ensayo vigentes en el territorio nacional enmarcado dentro de la facultad que nos entrega el Decreto Supremo N°594/1999 en el Artículo N°117 que dice; *"El Instituto de Salud Pública de Chile tendrá el carácter de Laboratorio nacional y de referencia en las materias a que se refiere los Títulos IV y V de este Reglamento. Le corresponderá asimismo fijar los métodos de análisis, procedimientos de muestreo y técnicas de medición que deberán emplearse en estas materias"*.

2. OBJETIVO

Determinar la concentración de vapores de Butanol presentes en aire de los lugares de trabajo a los cuales se encuentra expuesto el trabajador.

3. CAMPO DE APLICACIÓN

Aplicar este procedimiento a las muestras de aire en tubos de carbón activado ingresadas al Laboratorio para análisis de Butanol en aire.

4. TERMINOLOGÍA

- 4.1. CG : Cromatografía de gases.
- 4.2. ED : Eficiencia de desorción.
- 4.3. FID: detector de ionización de llama.
- 4.4. LPA : límite permisible absoluto.
- 4.5. NIOSH : National Institute for Occupational Safety and Health.
- 4.6. NMAM : NIOSH Manual of Analytical Methods.

5. PROCEDIMIENTO

5.1. Metodología

5.1.1. Preparación de soluciones.

- a. Solución de desorción, isopropanol 0,2% en sulfuro de carbono.
- b. Curva de calibración (0,1 - 0,3 - 0,5 - 1,0 - 1,5 - 2,0 - 2,5 - 3,0 μ L). Se prepara adsorbiendo el volumen de Butanol en carbón de tubos de muestreo, desorbiendo en 1 ml de solución de desorción.

5.1.2. Preparación y análisis de la muestra.

- a. Depositar el carbón activado de las muestras en un vial de 2 mL.

- b. Agregar 1 mL de la solución de desorción a cada vial.
- c. Sonicar en baño por 30-60 min.
- d. Inyectar 1 µL de muestra o estándar más 1 µL de aire en el cromatógrafo gases

5.1.3. Determinación de la eficiencia de desorción.

- a. Vaciar en 5 viales el carbón activado contenido en tubos de muestreo nuevos. Sellar inmediatamente.
- b. Agregar 0, 0,5, 1,0, 1,5 y 2,0 µL de solvente a los viales con carbón y a un grupo de viales sin carbón. Adsorber por lo menos 8 horas, a temperatura ambiente.
- c. Agregar 1 mL de solución de desorción a cada vial y sellar
- d. Sonicar en baño por 30-60 min para completa desorción.
- e. Medir en el cromatógrafo el butanol en los viales, calculando la eficiencia de desorción comparando los valores detectados en los viales que contienen carbón con respecto a los que no lo contienen. Se acepta una eficiencia mínima de 0,75.

5.2. Cálculo de resultados

La cantidad de Butanol medida por el equipo se expresa como µl. Para el informe de resultados se debe determinar los mg/m³ de Metanol en la muestra utilizando la siguiente fórmula:

$$(\text{mg/m}^3) = \frac{(\mu\text{L} \times d \times 1000)}{\text{ED} \times V}$$

Donde:

- µL : es el volumen de butanol presente en la muestra;
- d : 0,810 mg/µL, es la densidad del estándar puro de butanol;
- ED : es la eficiencia de desorción;
- V : es el volumen muestreado en litros.

5.3. Control de calidad

- 5.3.1. Analizar el testigo reactivo antes de las muestras verificando la ausencia de interferentes.
- 5.3.2. Se puede analizar un control interno preparando un tubo fortificado con 1-butanol.
- 5.3.3. No existe material de referencia certificado para este análisis.
- 5.3.4. Determinar la eficiencia de desorción, chequear que la ED sea superior a 0,75.
- 5.3.5. Si es así tomar como correcto el lote de muestras procesadas y corregir con la eficiencia encontrada todas las muestras para el cálculo de la concentración.

6. REFERENCIAS

- 6.1. Normas legales aplicables a la Salud Ocupacional, DS. N° 594, Aprueba reglamento sobre condiciones sanitarias y ambientales básicas en los lugares de trabajo. Artículo 61º, Límite permisible absoluto, página 178.

6.2. NIOSH, Manual of Analytical Methods (NMAM), Method 1405: alcohols combined.

7. PARTICIPANTES

7.1. Marcela González

7.2. Carlos Yáñez

8. ANEXOS

8.1. Identificación del analito

Sustancia	N° CAS	Sinónimo	LPA (mg/m ³)	Observaciones
1-Butanol	71-36-3	1-Butanol; Propilcarbinol; n-Butanol; Alcohol n- Butílico	152	



DETERMINACION DE SILICE LIBRE CRISTALIZADA (CUARZO Y CRISTOBALITA) EN
FRACCION RESPIRABLE.
METODO DEL FILTRO DE MEMBRANA/FTIR-PASTILLA KBr

MINISTERIO DE SALUD
INSTITUTO DE SALUD PÚBLICA
[Handwritten Signature]
Firma Directora (S)

15 DE JUNIO 2010

Fecha

1. JUSTIFICACIÓN

El presente documento tiene como finalidad estandarizar los métodos de ensayo vigentes en el territorio nacional enmarcado dentro de la facultad que nos entrega el Decreto Supremo N° 594/1999 en el Artículo N° 117 que dice; *"El Instituto de Salud Pública de Chile tendrá el carácter de Laboratorio nacional y de referencia en las materias a que se refiere los Títulos IV y V de este Reglamento. Le corresponderá asimismo fijar los métodos de análisis, procedimientos de muestreo y técnicas de medición que deberán emplearse en estas materias"*.

2. OBJETIVO

Determinar la concentración de los polimorfos de la sílice libre cristalina (cuarzo y cristobalita) presente en los lugares de trabajo en los cuales se encuentra expuesto el trabajador.

3. CAMPO DE APLICACIÓN

Aplicar este procedimiento a las muestras de aire en fracción respirable captadas con filtros de PVC para análisis de sílice libre cristalina en aire, por el método de Espectrofotometría Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR).

4. TERMINOLOGÍA

- 4.1. AIHA: American Industrial Hygiene Association ó Asociación americana de higienistas industriales.
- 4.2. FR: fracción respirable
- 4.3. Fracción respirable del polvo: Fracción másica de las partículas inhaladas que penetran en las vías respiratorias no ciliadas.
- 4.4. FTIR: Espectrofotometría Infrarroja con Transformada de Fourier.
- 4.5. IHPAT: Industrial Hygiene Proficiency Analytical Testing Program
- 4.6. INSHT: Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo
- 4.7. KBr: bromuro de potasio.
- 4.8. LPP: Límite permisible ponderado
- 4.9. MA: Métodos ambientales
- 4.10. MRC: material de referencia certificado
- 4.11. MTA: Método de toma de muestra y análisis
- 4.12. NIOSH: National Institute for Occupational Safety and Health
- 4.13. NIST: National Institute of Standards and Technology
- 4.14. NMAM: NIOSH Manual of analytical methods
- 4.15. Polvo: Suspensión de materia sólida, particulada y dispersa en la atmósfera, producida por procesos mecánicos y/o por el movimiento de aire.

- 4.16. Sílice libre cristalina: es el dióxido de silicio cristalizado
- 4.17. Sílice libre: Dióxido de silicio cristalizado en forma de cuarzo, cristobalita ó tridimita
- 4.18. SRM: Standard reference material ó Material de Referencia certificado.

5. PROCEDIMIENTO

5.1. Metodología

5.1.1. Preparación de soluciones

- a. Polvo madre de cuarzo de 0,5% p/p
- b. Curva de calibración de cuarzo (10 - 20 - 50 - 70 - 90 - 120 - 140 - 160 - 180 µg)

5.1.2. Preparación y análisis de la muestra

- a. Determinar la masa de la muestra a través de la diferencia de peso entre la masa del filtro muestreado y la masa del filtro virgen.
- b. Los filtros de PVC deben ser pesados en una sala con condiciones de temperatura y humedad controladas.
- c. Para la estabilización de los filtros se deben dejar por un período de 24 hrs en la cámara de ambientación.
- d. Después de realizar la toma de la muestra, los filtros se deben pasar por un eliminador de estática y determinar la masa de polvo recolectado.
- e. Llevar para análisis de sílice libre cristalizada sólo las muestras que poseen una masa igual o superior a 0,10 mg y máximo 2,0 mg.
- f. Calcinar en la mufla a 600 °C por un tiempo de calcinación de 2 horas.
- g. Agregar al residuo directamente KBr, mezclar muy bien y llevar a un mortero para homogeneizar completamente.
- h. Colocar esa mezcla de polvo en el pastillero y colocar en la prensa.
- i. Preparar la pastilla y colocar en el portamuestra del espectrofotómetro Infrarrojo.
- j. Si la presencia de interferencia es muy baja definir el peak ó el tratamiento necesario.
- k. Registrar el espectro entre 1000 cm^{-1} y 600 cm^{-1} .
- l. Medir la altura del peak de 798 cm^{-1} (absorbancia) correspondiente a cada muestra.

5.2. Cálculo de resultados

- 5.2.1. La cantidad de cuarzo en el filtro se calcula considerando como referencia las líneas de absorbancia de 800 y 780 cm^{-1} .
- 5.2.2. El método de espectrofotometría Infrarroja puede cuantificar cuarzo, cristobalita y tridimita si no hay presencia de sílice y silicatos amorfos en grandes cantidades. Sin embargo, la sensibilidad se reduce si están presentes distintos polimorfos y si se deben usar peaks secundarios. Existe un potencial de sesgo,

si se hacen correcciones por los efectos de absorción de matriz, con un aumento del riesgo de sesgo a menores concentraciones de cuarzo.

- 5.2.3. Si la relación de la absorbancia entre 800 y 780 cm^{-1} se encuentra fuera del rango entre 1,0 – 1,4; el espectro debe ser examinado con más detención para ver interferencias, en particular cristobalita.
- 5.2.4. Para el estándar de cuarzo preparado en la pastilla, medir la altura del doblete, aproximadamente en 820 cm^{-1} y 740 cm^{-1} .
- 5.2.5. Medir la altura del peak secundario de cuarzo a 695 cm^{-1} , cuando fuese necesario debido a interferencias en el peak principal.
- 5.2.6. A partir de las absorbancias y sus respectivas concentraciones construir la curva de calibración representando las absorbancias (Abs corregida) frente a la masa (μg) conocida de cuarzo correspondientes a cada estándar.
- 5.2.7. Interpolarse las absorbancias obtenidas para cada muestra analizada, para encontrar el peso de cuarzo (P_Q).
- 5.2.8. Para el estándar de cristobalita preparado en la pastilla, medir la altura del peak de 798 cm^{-1} (absorbancia), aproximadamente en 820 cm^{-1} y 740 cm^{-1} .
- 5.2.9. Medir la altura del peak secundario de cristobalita a 620 cm^{-1} cuando fuese necesario debido a interferencias en el peak principal.
- 5.2.10. Construir la curva de calibración representando las absorbancias (Abs corregida) frente a la masa (μg) conocida de cristobalita correspondientes a cada patrón.
- 5.2.11. Interpolarse las absorbancias obtenidas para cada muestra analizada, para encontrar el peso de cristobalita (P_C).
- 5.2.12. La concentración de sílice libre cristalina, C_Q expresada en mg/m^3 , viene dada por el cociente entre la cantidad de sílice libre cristalina, P_Q (μg), y el volumen total de aire aspirado, $V(L)$:

$$C_Q (\text{mg}/\text{m}^3) = \frac{(P_Q * 1000)}{V}$$

- 5.2.12. Si se necesita calcular el porcentaje de cuarzo, %Q, divide el peso de cuarzo P_Q (μg), por el peso total de polvo retenido, P_p (μg):

$$\%Q = \frac{P_Q}{P_p} * 100$$

5.3. Control de calidad

- 5.3.1. Preparar al menos cinco estándares de trabajo en pastillas.
- 5.3.2. Los estándares para calibración se limitan a estándares certificados de NIST (SRM 1878a y 1879a) y USGS (210-75-0043), de pureza y tamaño de partícula conocida y homogeneidad muestra a muestra. Este método es dependiente del tamaño de partícula.
- 5.3.3. Calcular la cantidad de cuarzo en el filtro considerando como referencia las líneas de absorbancia de 800 y 780 cm^{-1} . Si la relación de la absorbancia entre 800 cm^{-1}

y 780 cm^{-1} se encuentra fuera del rango entre 1,0 - 1,4, el espectro debe ser examinado con mas detención para ver interferencias, en particular cristobalita.

5.3.4. Analizar un filtro control (SRM 2950) o una muestra de valor conocido (MRC-AIHA IHPAT) siguiendo toda la preparación de las muestras para monitorear una posible contaminación o pérdida.

5.3.5. Si las muestras fueron calcinadas a baja temperatura y se encuentra presente la caolinita, preparar al menos cinco pellets conteniendo entre 100 a 600 μg de caolinita. Determinar la absorbancia a 800 cm^{-1} y 915 cm^{-1} como abscisa. Usar esta curva para corregir el valor de la absorbancia a 800 cm^{-1} para cualquier muestra que contenga caolinita.

6. REFERENCIAS

- 6.1. Health and Safety Executive, Occupational Medicine and Hygiene Laboratory. "Quartz in respirable airborne dusts", Laboratory method using infra-red spectroscopy (Direct Method), MDHS 37, Methods for the Determination of Hazardous Substances.
- 6.2. INSHT, MTA/MA - 057/A04. Determinación de sílice libre cristalina en materia particulada (fracción respirable) en aire. Método del filtro de membrana/Espectrofotometría de infrarrojos.
- 6.3. NIOSH, Manual of Analytical Methods (NMAM), Method 7602: Silica, crystalline by IR (KBr Pellet).
- 6.4. Normas legales aplicables a la Salud Ocupacional. D.S. N°594, de 1999. Reglamento sobre condiciones sanitarias y ambientales básicas en los lugares de trabajo. Actualizado al 10.11.03. Artículo 66, página 181.
- 6.5. Talvitie N.A. "Determination of Quartz in the presence of Silicates using Phosphoric Acid, Analt. Chem., 23, 623-626 (1951).

7. PARTICIPANTES

- 7.1. Marcela González
- 7.2. Carlos Yáñez

8. ANEXOS

8.1. Identificación del analito

Sustancia	# CAS	Sinónimos	LPP mg/m^3	Observaciones
Cuarzo	14808-60-7	Sílice libre cristalina, dióxido de silicio.	0,08	FR

Cristobalita	14464-46-1	Sílice libre cristalina, dióxido de silicio.	0,04	FR
--------------	------------	---	------	----

8.2. Interferencias

Cuando están juntos el cuarzo y la cristobalita pueden determinarse utilizando bandas menos sensibles a 695 cm^{-1} (cuarzo) y 625 cm^{-1} (cristobalita). La tridimita puede ser determinada únicamente en ausencia de las otras dos formas cristalinas y se encuentra en raras ocasiones en muestras tomadas en el campo de la higiene industrial. Los silicatos que interfieren pueden removerse utilizando un procedimiento de limpieza a base de ácido fosfórico.

La cristobalita y la tridimita interfieren positivamente en el peak de 800 cm^{-1} , aunque raramente están presentes en muestras tomadas en el sector de la higiene industrial.

La caolinita, un compuesto común del carbón, cuando se encuentra presente en cantidades importantes, puede interferir cuando se utiliza la calcinación con plasma RF.

La calcita, en cantidades mayores al 20 % de la carga total de polvo, puede interferir al reaccionar con el cuarzo durante la calcinación en la mufla.

La sílice amorfa puede interferir si se encuentra presente en grandes cantidades. Esta interferencia se puede minimizar teniendo en cuenta su amplia banda de absorbancia cuando se trace la línea de referencia.

El cuarzo es un componente común del suelo, las rocas, la arena, el cemento, los fundentes, los abrasivos, el vidrio, la porcelana, las pinturas y el ladrillo. La cristobalita es menos común y se encuentra en rocas y suelos volcánicos y se puede formar en procesos que requieren de altas temperaturas como los procesos de fundición, calcinación de tierra diatomácea, fabricación de ladrillos y cerámica y en la producción de carburo de silicio. La tridimita se encuentra con muy poca frecuencia, pero está presente en algunas rocas y suelos volcánicos.

**DETERMINACIÓN DE CLORPIRIFOS EN AIRE.
METODO DE ADSORCION EN TUBOS OVS-2
CROMATOGRAFIA DE GASES DETECTOR NPD.**



Firma Directora (S)

Fecha

1. JUSTIFICACIÓN

El presente documento tiene como finalidad estandarizar los métodos de ensayo vigentes en el territorio nacional, según las facultades entregadas por el Decreto Supremo N° 594/1999 en el Artículo N° 117 que dice: *"El Instituto de Salud Pública de Chile tendrá el carácter de Laboratorio nacional y de referencia en las materias a que se refiere los Títulos IV y V de este Reglamento. Le corresponderá asimismo fijar los métodos de análisis, procedimientos de muestreo y técnicas de medición que deberán emplearse en estas materias"*.

2. OBJETIVO

Determinar la concentración de Clorpirifos presente en el aire de lugares de trabajo.

3. CAMPO DE APLICACIÓN

Aplicar este procedimiento a las muestras de aire contenidas en tubos de adsorción OVS-2 destinados a la cuantificación de Clorpirifos en aire.

4. TERMINOLOGÍA

- 4.1. CG: Cromatografía de Gases.
- 4.2. ED: eficiencia de desorción.
- 4.3. NPD: detector de nitrógeno fósforo.
- 4.4. LPP: límite permisible ponderado.
- 4.5. NIOSH: National Institute for Occupational Safety and Health.
- 4.6. NMAM: NIOSH Manual of Analytical Methods

5. PROCEDIMIENTO

5.1. Metodología

5.1.1. Soluciones

- a. Solución 10 % acetona en tolueno (solución de desorción).
- b. Solución estándar madre de 2500 mg/L.
- c. Solución estándar intermedio de 50 mg/L.
- d. Solución estándar de 5 mg/L.
- e. Curva de calibración: 1,0 - 2,0 y 5,0 µg de Clorpirifos en la resina OVS-2 fortificada.

5.1.2. Preparación y análisis de la muestra

- a. Depositar la muestra en un vial de 4 mL

- b. Agregar 2 mL de la solución de desorción.
- c. Sellar el vial inmediatamente y mantenerlo en reposo por 30 minutos.
- d. Colocar los viales en un baño de ultrasonido por 30 minutos para mejorar la desorción.
- e. Inyectar la muestra en el cromatógrafo gases.

5.2. Cálculo de Resultados

La concentración de Clorpirifos medida por el equipo se expresa como $\mu\text{g/L}$. Para el informe de resultados se debe determinar los mg/m^3 :

$$(\text{mg/m}^3) = \frac{(\mu\text{g de Clorpirifos} \times 1000)}{V (\text{m}^3)}$$

Donde:

- μg : es la masa de Clorpirifos presente en la muestra
- 1000 : factor de transformación de μg a mg
- V : es el volumen muestreado en m^3 .

5.3. Control de Calidad

- 5.3.1. El coeficiente de correlación (R^2) de la curva de calibración debe ser igual o mayor a 0,9900.
- 5.3.2. Determinar de la eficiencia de desorción. Este no debe ser inferior al 75 %. Corregir los valores obtenidos por la ED, cuando corresponda.
- 5.3.3. Analizar el testigo reactivo antes de las muestras, verificando la ausencia de interferentes.
- 5.3.4. La lectura obtenida para la muestra, debe encontrarse dentro del intervalo cubierto por la curva de calibración. En caso de ser ésta mayor al punto superior de la curva, la muestra debe diluirse para obtener una lectura que permita la posterior interpolación en la curva.

6. REFERENCIAS

- 6.1. DS. N° 594, Aprueba reglamento sobre condiciones sanitarias y ambientales básicas en los lugares de trabajo.
- 6.2. NIOSH, Manual of Analytical Methods (NMAM), Method 5600: Organophosphorus pesticide.

7. PARTICIPANTES

- 7.1. Marcela González G.
- 7.2. Carlos Yáñez B.

8. ANEXOS

8.1. Identificación del analito.

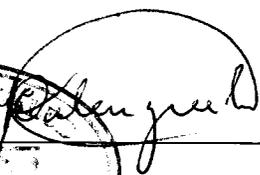
Sustancia	Nº CAS	Sinónimo	LPP (mg/m ³)	Observaciones
Clorpirifos	2921-88-2	Acido fósforotioico. Dursban (comercial)	0,16	Absorción cutánea



04.ABR.2011 0643

Instituto de
Salud Pública
CHILE

DETERMINACIÓN DE DIAZINON EN AIRE.
METODO DE ADSORCION EN TUBOS OVS-2
CROMATOGRAFIA DE GASES DETECTOR NPD.


Firma Directora (S)

Fecha

1. JUSTIFICACIÓN

El presente documento tiene como finalidad estandarizar los métodos de ensayo vigentes en el territorio nacional, según las facultades entregadas por el Decreto Supremo N° 594/1999 en el Artículo N° 117 que dice: *"El Instituto de Salud Pública de Chile tendrá el carácter de Laboratorio nacional y de referencia en las materias a que se refiere los Títulos IV y V de este Reglamento. Le corresponderá asimismo fijar los métodos de análisis, procedimientos de muestreo y técnicas de medición que deberán emplearse en estas materias"*.

2. OBJETIVO

Determinar la concentración de Diazinon presente en el aire de lugares de trabajo.

3. CAMPO DE APLICACIÓN

Aplicar este procedimiento a las muestras de aire contenidas en tubos de adsorción OVS-2 destinados a la cuantificación de Diazinon en aire.

4. TERMINOLOGÍA

- 4.1. CG: Cromatografía de Gases.
- 4.2. ED: eficiencia de desorción.
- 4.3. NPD: detector de nitrógeno fósforo.
- 4.4. LPP: límite permisible ponderado.
- 4.5. NIOSH: National Institute for Occupational Safety and Health.
- 4.6. NMAM: NIOSH Manual of Analytical Methods

5. PROCEDIMIENTO

5.1. Metodología

5.1.1. Soluciones

- a. Solución 10 % acetona en tolueno (solución de desorción).
- b. Solución estándar madre de 2500 mg/L.
- c. Solución estándar intermedio de 50 mg/L.
- d. Solución estándar de 5 mg/L.
- e. Curva de calibración: 1,0 - 2,0 y 5,0 µg de Diazinon en la resina OVS-2 fortificada.

5.1.2. Preparación y análisis de la muestra

- a. Depositar la muestra en un vial de 4 mL
- b. Agregar 2 mL de la solución de desorción.

- c. Sellar el vial inmediatamente y mantenerlo en reposo por 30 minutos.
- d. Colocar los viales en un baño de ultrasonido por 30 minutos para mejorar la desorción.
- e. Inyectar la muestra en el cromatógrafo gases.

5.2. Cálculo de Resultados

La concentración de Diazinon medida por el equipo se expresa como $\mu\text{g/L}$. Para el informe de resultados se debe determinar los mg/m^3 :

$$(\text{mg/m}^3) = \frac{(\mu\text{g de Diazinon} \times 1000)}{V (\text{m}^3)}$$

Donde:

- μg : es la masa de Diazinon presente en la muestra
1000 : factor de transformación de μg a mg
 V : es el volumen muestreado en m^3 .

5.3. Control de Calidad

- 5.3.1. El coeficiente de correlación (R^2) de la curva de calibración debe ser igual o mayor a 0,9900.
- 5.3.2. Determinar de la eficiencia de desorción. Este no debe ser inferior al 75 %. Corregir los valores obtenidos por la ED, cuando corresponda.
- 5.3.3. Analizar el testigo reactivo antes de las muestras, verificando la ausencia de interferentes.
- 5.3.4. La lectura obtenida para la muestra, debe encontrarse dentro del intervalo cubierto por la curva de calibración. En caso de ser ésta mayor al punto superior de la curva, la muestra debe diluirse para obtener una lectura que permita la posterior interpolación en la curva.

6. REFERENCIAS

- 6.1. DS. N° 594, Aprueba reglamento sobre condiciones sanitarias y ambientales básicas en los lugares de trabajo.
- 6.2. NIOSH, Manual of Analytical Methods (NMAM), Method 5600: Organophosphorus pesticide.

7. PARTICIPANTES

- 7.1. Marcela González G.
- 7.2. Carlos Yáñez B.



Gobierno de
CHILE

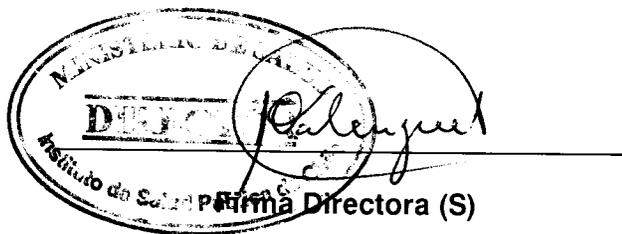
**Instituto de
Salud Pública**
CHILE

8. ANEXOS

8.1. Identificación del analito.

Sustancia	Nº CAS	Sinónimo	LPP (mg/m ³)	Observaciones
Diazinon	333-41-5		0,08	absorción cutánea

DETERMINACIÓN DE MALATION EN AIRE.
METODO DE ADSORCION EN TUBOS OVS-2
CROMATOGRAFIA DE GASES DETECTOR NPD.



Firma Directora (S)

15/06/2010

Fecha

1. JUSTIFICACIÓN

El presente documento tiene como finalidad estandarizar los métodos de ensayo vigentes en el territorio nacional, según las facultades entregadas por el Decreto Supremo N° 594/1999 en el Artículo N° 117 que dice: *“El Instituto de Salud Pública de Chile tendrá el carácter de Laboratorio nacional y de referencia en las materias a que se refiere los Títulos IV y V de este Reglamento. Le corresponderá asimismo fijar los métodos de análisis, procedimientos de muestreo y técnicas de medición que deberán emplearse en estas materias”*.

2. OBJETIVO

Determinar la concentración de Malation presente en el aire de lugares de trabajo.

3. CAMPO DE APLICACIÓN

Aplicar este procedimiento a las muestras de aire contenidas en tubos de adsorción OVS-2 destinados a la cuantificación de Malation en aire.

4. TERMINOLOGÍA

- 4.1. CG: Cromatografía de Gases.
- 4.2. ED: eficiencia de desorción.
- 4.3. NPD: detector de nitrógeno fósforo.
- 4.4. LPP: Límite permisible ponderado.
- 4.5. NIOSH: National Institute for Occupational Safety and Health.
- 4.6. NMAM: NIOSH Manual of Analytical Methods

5. PROCEDIMIENTO

5.1. Metodología

5.1.1. Soluciones

- a. Solución 10 % acetona en tolueno (solución de desorción).
- b. Solución estándar madre de 2500 mg/L.
- c. Solución estándar intermedio de 50 mg/L.
- d. Solución estándar de 5 mg/L.
- e. Curva de calibración: 1,0 - 2,0 y 5,0 µg de Malation en la resina OVS-2 fortificada.

5.1.2. Preparación y análisis de la muestra

- a. Depositar la muestra en un vial de 4 mL
- b. Agregar 2 mL de la solución de desorción.

- c. Sellar el vial inmediatamente y mantenerlo en reposo por 30 minutos.
- d. Colocar los viales en un baño de ultrasonido por 30 minutos para mejorar la desorción.
- e. Inyectar la muestra en el cromatógrafo gases.

5.2. Cálculo de Resultados

La concentración de Malation medida por el equipo se expresa como $\mu\text{g/L}$. Para el informe de resultados se debe determinar los mg/m^3 :

$$(\text{mg/m}^3) = \frac{(\mu\text{g de Malation} \times 1000)}{V (\text{m}^3)}$$

Donde:

- μg : es la masa de Malation presente en la muestra
1000 : factor de transformación de μg a mg
V : es el volumen muestreado en m^3 .

5.3. Control de Calidad

- 5.3.1. El coeficiente de correlación (R^2) de la curva de calibración debe ser igual o mayor a 0,9900.
- 5.3.2. Determinar de la eficiencia de desorción. Este no debe ser inferior al 75 %. Corregir los valores obtenidos por la ED, cuando corresponda.
- 5.3.3. Analizar el testigo reactivo antes de las muestras, verificando la ausencia de interferentes.
- 5.3.4. La lectura obtenida para la muestra, debe encontrarse dentro del intervalo cubierto por la curva de calibración. En caso de ser ésta mayor al punto superior de la curva, la muestra debe diluirse para obtener una lectura que permita la posterior interpolación en la curva.

6. REFERENCIAS

- 6.1. DS. N° 594, Aprueba reglamento sobre condiciones sanitarias y ambientales básicas en los lugares de trabajo.
- 6.2. NIOSH, Manual of Analytical Methods (NMAM), Method 5600: Organophosphorus pesticide.

7. PARTICIPANTES

- 7.1. Marcela González G.
- 7.2. Carlos Yáñez B.



Gobierno de
CHILE

**Instituto de
Salud Pública**
CHILE

8. ANEXOS

8.1. Identificación del analito.

Sustancia	Nº CAS	Sinónimo	LPP (mg/m ³)	Observaciones
Malatión	121-75-5		8	absorción cutánea



DETERMINACIÓN DE ÁCIDOS INORGANICOS: FLUORHIDRICO (HF), CLORHIDRICO (HCl), FOSFORICO (H₃PO₄), BROMHIDRICO (HBr), NITRICO (HNO₃) Y SULFURICO (H₂SO₄) EN AIRE.
MÉTODO DE ADSORCIÓN EN SILICA GEL/CROMATOGRAFIA IONICA

MINISTERIO DE SALUD
DIRECTOR
Instituto de Salud Pública de Chile
[Signature]
Directora (S)

14 ABR 2011

Fecha

1. JUSTIFICACIÓN

El presente documento tiene como finalidad estandarizar los métodos de ensayo vigentes en el territorio nacional enmarcado dentro de la facultad que nos entrega el Decreto Supremo N° 594/1999 en el Artículo N° 117 que dice; *“El Instituto de Salud Pública de Chile tendrá el carácter de Laboratorio nacional y de referencia en las materias a que se refiere los Títulos IV y V de este Reglamento. Le corresponderá asimismo fijar los métodos de análisis, procedimientos de muestreo y técnicas de medición que deberán emplearse en estas materias”*.

2. OBJETIVO

Determinar la concentración de ácidos inorgánicos como ácido fluorhídrico, ácido clorhídrico, ácido fosfórico, ácido bromhídrico, ácido nítrico y ácido sulfúrico presentes en el aire de los lugares de trabajo en los cuales se encuentra expuesto el trabajador.

3. CAMPO DE APLICACIÓN

Aplicar este procedimiento a las muestras de aire en tubo de sílica gel ingresadas al Laboratorio para análisis de ácido fluorhídrico, ácido clorhídrico, ácido fosfórico, ácido bromhídrico, ácido nítrico o ácido sulfúrico en aire.

4. TERMINOLOGÍA

- 4.1. HF: ácido fluorhídrico
- 4.2. HCl: ácido clorhídrico
- 4.3. H₃PO₄: ácido fosfórico
- 4.4. HBr: ácido bromhídrico
- 4.5. HNO₃: ácido nítrico
- 4.6. H₂SO₄: ácido sulfúrico
- 4.7. NaOH: hidróxido de sodio
- 4.8. LPA: límite permisible absoluto
- 4.9. LPP: límite permisible ponderado

5. PROCEDIMIENTO

5.1. Metodología

- 5.1.1. Preparación de soluciones.
 - a. Agua desionizada de alta pureza.
 - b. Solución eluyente, NaOH 30 mM.

- c. Curva de calibración (0,0032; 0,016; 0,08; 0,4; 2; 10 y 40 µg/L)

5.1.2. Preparación y análisis de la muestra.

- Cortar el tubo con lima frente a su sección principal y romper el tubo por el surco hecho con la lima.
- Transferir el filtro de fibra de vidrio y la primera sección de sílica gel a un tubo de centrifuga de 15 mL. La segunda sección del tubo se coloca en un segundo tubo de centrifuga de 15 mL.
- Agregar 6 - 8 mL de eluyente a cada tubo de centrifuga y calentar en baño de agua hirviendo por 10 min.
- Dejar enfriar y enrasar a 10 mL volumen total con eluyente en el tubo de centrifuga.
- Tapar los tubos y agitar en forma vigorosa.
- Filtrar las muestras usando una jeringa de 10 mL conectada a filtros de 0,22 µm.
- Inyectar las muestras en el cromatógrafo, ambientando con 1 mL de muestra cada vez.

5.2. Cálculo de resultados

- 5.2.1. Calcular la concentración de cada anión, usando la curva de calibración de los estándares.
- 5.2.2. Calcular la eficiencia de desorción comparando la lectura de un estándar adsorbido en un tubo de sílica, con un estándar sometido directamente a cromatografía.
- 5.2.3. Calcular la masa encontrada (µg) en la primera sección (W_f) y la segunda sección (W_b) del tubo de muestreo y restar los respectivos blancos (B_f y B_b).
- 5.2.4. Calcular entonces las respectivas cantidades de los ácidos en el volumen de muestreo, usando la siguiente fórmula:

$$C \text{ (mg/m}^3\text{)} = (W_f + W_b - B_f - B_b) / V * F$$

Donde:

V: es el volumen muestreado en litros;

F: es un factor de conversión necesario para convertir los valores de masa de cada anión en las masas de los respectivos ácidos; 1,053 para HF; 1,028 para HCl; 1,032 para H_3PO_4 ; 1,012 para HBr; 1,016 para HNO_3 y 1,021 para H_2SO_4 .

5.3. Control de calidad

- 5.3.1. Calibrar diariamente con al menos 6 estándares, se deben preparar en forma semanal y almacenar en botellas de polietileno tapadas herméticamente.

6. REFERENCIAS

- 6.1. Normas legales aplicables a la Salud Ocupacional. D.S. N°594, de 1999. "Reglamento sobre condiciones sanitarias y ambientales básicas en los lugares de trabajo"
- 6.2. NIOSH NMAM Método 7903: ácidos inorgánicos.
- 6.3. OSHA Método ID-165SG: Neblina ácida.

7. PARTICIPANTES

- 7.1. Daniel Rojo
- 7.2. Marcela González
- 7.3. Carlos Yáñez

8. ANEXOS

8.1. Identificación del analito

Sustancia	# CAS	Sinónimos	LPA (mg/m ³)	LPP (mg/m ³)	Observaciones
Ácido bromhídrico	10035-10-6		9,9		
Ácido clorhídrico	7647-01-0	Acido muriático	6		
Ácido fosfórico	7664-38-2	Ácido ortofosfórico	---	---	
Ácido fluorhídrico	7664-39-3		2,3		
Ácido nítrico	7697-37-2			4,2	
Ácido sulfúrico	7664-93-9			0,8	