Esta lista ha sido derivada de libros de texto médicos comúnmente accesibles (e.g., Ex. 14-18). La lista ha sido incluida meramente para facilitar la comprensión del médico, el patrono y los empleados. La lista no representa una opinión o política oficial de OSHA en relación al uso de esos medicamentos para empleados particulares. El uso de tales medicamentos debe estar bajo la discreción médica.

Anejo 3-Resultados de monitoreo biológico y exámenes médicos

Empleado _____
Fecha de prueba _____
Cadmio en orina _____ Φ g/g Cr-Niveles normales: # 3 Φ g/g Cr.
Cadmio en sangre _____ Φ g/lwb-Niveles normales # 5 Φ g/lwb.
Beta-2 microglobulina en orina _____ Φ g/g Cr-Niveles normales: # 300 μ g/g Cr.
Resultados de los exámenes médicos: N/A _____
Satisfactorio _____ Insatisfactorio _____
(ver al médico nuevamente).
Revisión del médico de la función pulmonar
Prueba: N/A _____ Normal _____ Anormal _____
Próximo monitoreo biológico o examen médico programado para: _____

El programa de monitoreo biológico ha sido diseñado para tres propósitos principales: 1) identificar a los empleados en riesgos de efectos adversos de salud debido a exposición crónica excesiva a cadmio; 2) para evitar la enfermedad inducida por cadmio y 3) detectar y minimizar la enfermedad inducida por cadmio ya existente.

Los niveles de cadmio en la orina y la sangre proveen un estimado de la cantidad total de cadmio en el cuerpo. La cantidad de una proteína específica en la orina (beta-2-microglobulina), indica un cambio en la función renal. Las tres pruebas deben evaluarse juntas. Un solo resultado ligeramente elevado puede no ser importante si la prueba en tiempo posterior indica que los resultados son normales y el lugar de trabajo ha sido evaluado para disminuir las posibles fuentes de exposición de cadmio. Los niveles de cadmio o beta-2-microglobulina pueden cambiar durante un período de días a meses y el tiempo necesario para que ocurran esos cambios es diferente para cada trabajador.

Si los resultados para monitoreo biológico están sobre "altos niveles" específicos [cadmio en orina mayor de 10 microgramos por gramo de creatinina (μ g/g Cr), cadmio en sangre mayor de 10 microgramos por litro de sangre entera (μ g/g lwb), o beta-2-microglobulina mayor de 1000 microgramos por gramo de creatinina (μ g/g Cr)], el trabajador tiene mucho mayor oportunidad de desarrollar otras enfermedades renales.

Una manera de medir para función renal es midiendo beta-2-microglobulina en la orina. La beta-2-

microglobulina es una proteína que normalmente se halla en la sangre según es filtrada al riñón y el riñón la reabsorbe o devuelve casi toda la beta-2-microglobulina a la sangre. Una cantidad muy pequeña (menos de 300 µg/g Cr en la orina), de beta-2-microglobulina no es reabsorbida a la sangre, si no que es liberada en la orina. Si el cadmio daña el riñón, la cantidad de beta-2-microglobulina aumenta porque las células del riñón son incapaces de reabsorber la beta-2-microglobulina normalmente. Un aumento en la cantidad de beta-2-microglobulina en la orina es una señal muy temprana de que el trabajador puede estar absorbiendo cadmio del aire, cigarrillos contaminados en el lugar de trabajo, o comer en áreas que estén contaminadas con cadmio.

Aún si el cadmio causa cambios permanentes en la capacidad del riñón para reabsorber beta-2-microglobulina, y la beta-2-microglobulina está sobre los "altos niveles", la pérdida de la función renal puede no conducir a problemas serios de salud. También, la función renal naturalmente declina según las personas envejecen. El riesgo de cambios en la función renal para trabajadores que tienen resultados de monitoreo biológico entre los "valores normales" y los "altos niveles" no es bien conocido. Algunas personas son más tolerantes al cadmio, mientras que otras son más susceptibles.

Para cualquiera con un aumento aún ligero de beta-2-microglobulina, cadmio en orina o cadmio en sangre, es muy importante proteger a los riñones de daño subsiguiente. El daño renal puede venir de otras fuentes que no sean exceso de exposición a cadmio, de modo que también se recomienda que si los niveles del trabajador son "altos", debe recibir consejería sobre tomar más agua, evitar el tabaco contaminado con cadmio y ciertos medicamentos (nefrotóxicos, acetaminophen); controlar la dieta, consumo de vitaminas, presión sanguínea y diabetes, etc.

Apéndice B a la ' ____BGuías técnicas de sustancia para cadmio

I. Metal de cadmio

A. Datos físicos y químicos.

1. Identificación de sustancia

Nombre químico: Cadmio

Fórmula: Cd

Peso molecular: 112.4

Chemical Abstracts Service (CAS) Registry No: 7740-43-9.

Otros identificadores: RETCS EU9800000; EPA D006; DOT 2570 53.

Sinónimos: Cadmio coloidal, Cadmium (alemán); CI 77180.

2. Datos físicos.

Punto de ebullición: (760 mm Hg); 765 grados C.

Punto de fundición: 321 grados C.

Gravedad específica: (H₂O = @ 20 grados C); 8.64.

Solubilidad: Insoluble en agua, insoluble ácido nítrico diluido y ácido sulfúrico.

Apariencia: Metal lustroso, suave, azul-blanco, maleable o polvo gris-blanco.

B. Datos de incendio, explosión y reactividad

1. Incendio

Riesgo de incendio y explosión: El metal finamente dividido es pirofórico, esto es, el polvo es un severo riesgo de incendio y un riesgo moderado de explosión al ser expuesto a calor o llamas.

El material que se quema reacciona violentamente con agentes extintores tales como agua, espuma, bióxido de carbono y halones.

Punto de inflamabilidad: Inflamable (polvo)

Medio extintor: Arena seca, dolomita seca, grafito seco o cloruro de sodio.

2. Reactividad

Condiciones que contribuyen a la inestabilidad: Estable si se mantiene en envases sellados bajo temperaturas y presión normales, pero el polvo puede incendiarse al contacto con el aire. El metal se oxida en aire húmedo.

Incompatibilidades: Nitrato amónico, condensado: Reacciona violentamente o explosivamente con polvo de cadmio bajo 20 grados C. Ácido hidrozóico: Ocurre explosión violenta después de 30 minutos. Ácidos: Reacciona violentamente, forma gas hidrógeno.

Agentes oxidantes o metales: Fuerte reacción con polvo de cadmio. Fluoruro de nitrilo a temperaturas ligeramente elevadas; ocurre incandescencia brillante o blanca. El selenio reacciona exotérmicamente. Amonia: Reacción corrosiva. Bióxido sulfúrico: Reacción corrosiva. Agentes extintores de incendio: (agua, espuma, bióxido de carbono y halones): Reacciona violentamente. Telerio: Reacción incandescente en atmósfera de hidrógeno

Productos de descomposición peligrosos: El metal calentado forma rápidamente emanaciones de óxido de cadmio color marrón altamente tóxicas.

C. Derrames, escapes y procedimientos de desecho

1. Pasos a darse si el material es liberado o derramado. No toque el material derramado. Detenga el escape si puede hacerlo sin riesgo. No eche agua dentro del envase. Para derrames grandes, haga diques antes del derrame para desecho posterior. Mantener alejadas a las personas innecesarias. Aislar el área de riesgo y denegar la entrada. Las enmiendas a la Ley de Superfondo y

Reautorización de 1986 Sección 304 requiere que un escape igual o mayor que la cantidad informable para esta sustancia (una (1) libra), debe ser inmediatamente informada al comité de planificación de emergencia local, la comisión de respuesta de emergencia estatal, y el Centro Nacional de Respuesta (800) 424-8802; en el área metropolitana de Washington, DC, (202) 426-2675.

II. Oxido de cadmio

A. Datos físicos y químicos

1. Identificación de sustancia

Nombre químico: Oxido de cadmio

Fórmula: CdO.

Peso molecular: 128.4

CAS No. 1306-19-0

Otros identificadores: RTECS EV1929500.

Sinónimos: Kadmu tlenek (polaco).

2. Datos físicos

Punto de ebullición (760 mm Hg); 950 grados C descompone.

Punto de fundición: 1500 grados C

Gravedad específica: (H₂O = 120 grados C):7.0.

Solubilidad: Insoluble en agua, soluble en ácidos y alcalinos.

Apariencia: Cristales rojos o marrón.

B. Datos sobre incendio, explosión y reactividad.

1. Incendio.

Riesgos de incendio o explosión: Riesgo insignificante al ser expuesto a calor o llamas.

Punto de combustión: Ininflamable.

Medio extintor: Químico seco, bióxido de carbono, rocío de agua o espuma.

2. Reactividad.

Condiciones que contribuyen a la inestabilidad: Estable bajo temperaturas y presiones normales.

Incompatibilidades: El magnesio puede reducir el CdO₂ explosivamente al calentarse.

Productos peligrosos de descomposición: Emanaciones tóxicas de cadmio.

C. Procedimientos de derrames, escapes y desecho.

1. *Pasos a darse si el material es liberado o derramado.* No toque el material derramado. Detenga

el escape si puede sin riesgo. Para pequeños derrames, recójase con arena u otro material absorbente y colóquese en envases para desecho posterior. Para pequeños derrames secos, use una pala limpia para colocar el material en un envase limpio, seco y luego cubra. Para derrames mayores, haga diques antes del derrame para desecho posterior. Mantenga alejadas a las personas innecesarias. Aísle el área de riesgo y deniegue la entrada. Las enmiendas a la Ley de Superfondo y Reautorización de 1986, Sección 304 requieren que un escape igual o mayor que la cantidad informable (una (1) libra), debe ser inmediatamente informado al comité de emergencias local, la comisión de respuesta de emergencia, y el Centro Nacional de Respuesta (800) 424-8802; en el área metropolitana de Washington, DC (202) 426-2675.

III. Sulfito de cadmio

A. Datos físicos y químicos

1. Identificación de sustancia.

Nombre químico: Sulfito de cadmio

Fórmula: CdS

Peso molecular: 144.5.

CAS No. 1306-23-6.

Otros identificadores: RTECS EV3150000.

Sinónimos: Amarillo aurora, dorado de cadmio, amarillo limón de cadmio 527; Naranja de cadmio, vellowita de cadmio 8191 sulfito de cadmio; amarillo de cadmio; amarillo de cadmio 000; concentrado de amarillo de cadmio profundo; concentrado dorado de amarillo de cadmio; concentrado de amarillo de cadmio; concentrado limón de amarillo de cadmio; concentrado de vellowita de amarillo de cadmio; amarillo oscuro Oz de cadmio; vellowita de amarillo de cadmio 47-1400; concentrado de amarillo de cadmio 10G; amarillo de cadmio 892; amarillo dorado Cadmopur N; amarillo Cadmopur; Capsebon; C.I.7719; C.I. pigmento anaranjado 20; CI pigmento amarillo 37; amarillo ferro limón; amarillo ferro anaranjado; ferro amarillo; Greenockite; NCI-C02711.

2. Datos físicos

Punto de ebullición: (760 mm. Hg) sublima en N₂ a 980 grados C.

Punto de fundición: 1750 grados C (100atm).

Gravedad específica: (H₂O = 1@ 20 grados C): 4.82.

Solubilidad: Ligeramente soluble en agua, soluble en ácido.

Apariencia: cristales amarillo claro o amarillo-anaranjado.

B. Datos sobre incendio, explosión y reactividad.

1. Incendio

Riesgos de fuego y explosión: Riesgo insignificante de incendio al exponerse al calor o llamas.

Punto de combustión: Ininflamable.

Medios de extinción: Químico seco, bióxido de carbono, rocío de agua o espuma.

2. Reactividad.

Condiciones que contribuyen a la inestabilidad: Generalmente no reactivo bajo condiciones normales. Reacciona con ácidos para formar gas sulfuro de hidrógeno tóxico.

Incompatibilidades: reacciona vigorosamente con monoclóruo de yodo.

Productos peligrosos de descomposición: Emanaciones tóxicas de cadmio y óxidos de sulfuro.

1. *Pasos a darse si el material es liberado o derramado.* No toque el material derramado. Detenga el escape, si puede hacerlo sin riesgo. Para derrames pequeños, secos, coloque el material con una pala limpia en envases limpios y secos y tape. Mueva los envases del área del derrame. Para derrames grandes, haga diques mucho antes del derrame para desecho posterior. Mantenga alejadas a las personas innecesarias. Aísle el área y deniegue la entrada.

IV. Cloruro de cadmio

A. Datos físicos y químicos

1. Identificación de substancia.

Nombre químico: Cloruro de cadmio.

Fórmula: CdCl₂.

Peso molecular: 183.3.

CAS No. 10108-64-2.

Otros identificadores: RTECS EY0175000.

Sinónimos: Caddy, dicloruro de cadmio NA 2570 (DOT); UI-CAD; diclorocadmio.

2. Datos físicos.

Punto de ebullición: (760 mm Hg); 960 grados C.

Punto de fundición: 568 grados C.

Gravedad específica: (H₂O = 1 @ 20 grados C) 4.05.

Solubilidad: Soluble en agua (140 g/100 cc); soluble en acetona.

Apariencia: Cristales blancos, pequeños.

B. Datos sobre incendio, explosión y reactividad.

1. Incendio.

Riesgos de incendio y explosión: Riesgo insignificante de incendio y explosión en forma de polvo, al ser expuesto a calor o llamas.

Punto de combustión: Ininflamable.

Medio extintor: Químico seco, bióxido de carbono, rocío de agua o espuma.

2. Reactividad.

Condiciones que contribuyen a la inestabilidad: Generalmente estable bajo temperaturas y presiones normales.

Incompatibilidades: El trifluoruro de bromo ataca rápidamente al cloruro de cadmio. Una mezcla de potasio y cloruro de cadmio puede producir una fuerte explosión de surgir un impacto.

Productos peligrosos de descomposición: La descomposición térmica puede liberar emanaciones tóxicas de cloruro de hidrógeno, cloro, cloruro u óxidos de cadmio.

C. Procedimientos de derrame, escape y desecho.

1. *Pasos a darse si el material es liberado o derramado.* No toque el material derramado. Detenga el escape, si puede hacerlo sin riesgo. Para derrames pequeños, secos, coloque el material con una pala limpia en envases limpios, secos y tape. Mueva los envases del área del derrame. Para derrames mayores, haga diques antes para desecho posterior. Mantenga alejada a la gente innecesaria. Aísle el riesgo y deniegue la entrada. Las enmiendas a la Ley de Superfondo y Reautorización de 1986 Sección 304 requiere que un escape igual o mayor a la cantidad informable para esta substancia (100 libras), debe ser inmediatamente informado al comité de planificación de emergencia local, la comisión de respuesta de emergencia estatal y el Centro de Respuesta Nacional (800) 424-8802; en el área metropolitana de Washington, DC (202) 426-2675.

Apéndice C a la ' _____ Procedimientos de pruebas de ajuste cuantitativo y cualitativo.

I. Protocolos de prueba de ajuste

A. General: El patrono debe incluir las siguientes disposiciones en los procedimientos de pruebas de ajuste. Estas disposiciones aplican a las pruebas de ajuste cualitativo (QLFT), y las pruebas de ajuste cuantitativas (QNFT). Todas las pruebas deben conducirse anualmente.

1. Al sujeto de prueba deberá permitirse que escoja el respirador más cómodo de una selección que incluya respiradores de varios tamaños de diferentes fabricantes. La selección deberá incluir al menos tres tamaños de caretas elásticas del tipo de respirador que haya de ser probado, i.e., tres tamaños de media careta, o tres tamaños de careta completa. Debe proveerse respiradores de cada tamaño de al menos dos fabricantes.

2. Antes del proceso de selección, al sujeto de prueba deberá enseñársele cómo ponerse el respirador, cómo debe ser colocado en la cara, cómo ajustar la tensión de la correa y cómo determinar un ajuste cómodo. Deberá haber un espejo disponible para asistir al sujeto a evaluar el ajuste y posición del respirador. Esta instrucción puede no constituir el adiestramiento formal del sujeto sobre uso de respirador; es sólo una revisión.

3. Al sujeto de prueba deberá informarse de que se le pide que elija el respirador que le provea el

ajuste más cómodo. Cada respirador representa un tamaño y forma diferente, y si es ajustado, mantenido y usado apropiadamente, proveerá protección substancial.

4. El sujeto de prueba deberá ser instruido a sostener la careta en la cara y eliminar aquellos que obviamente no ofrecen un ajuste cómodo.

5. Se señala las caretas más cómoda; se pone la careta más cómoda y se usa al menos cinco minutos para evaluar su comodidad. La asistencia en evaluar la comodidad puede darse discutiendo los puntos en el ítem 6, a continuación. Si el sujeto de prueba no está familiarizado

con un respirador particular, deberá ser dirigido a ponerse la careta varias veces y ajustar las correas cada vez para volverse diestro en el ajuste apropiado de las correas.

6. El avalúo de la comodidad deberá incluir la revisión de los siguientes puntos con el sujeto de prueba y conceder al sujeto de prueba tiempo adecuado para determinar la comodidad del respirador:

- (a) Posición de la careta en la nariz;
- (b) Espacio para protección de los ojos;
- (c) Espacio para hablar; y
- (d) Posición de la careta en la cara y las mejillas.

7. Deberá usarse los siguientes criterios para ayudar a determinar la adecuación del ajuste del respirador:

- (a) La barbilla adecuadamente colocada;
- (b) Tensión adecuada de las correas, no excesivamente apretadas;
- (c) Ajuste al puente de la nariz;
- (d) Respirador de tamaño apropiado para cubrir la distancia de la nariz a la barbilla;
- (e) Tendencia del respirador a resbalar; y
- (f) Auto-observación en el espejo para evaluar el ajuste y la posición del respirador.

8. El sujeto de prueba deberá conducir los cotejos de ajuste de presión positiva y negativa según descrito a continuación o en el ANSI Z88.2-1980. Antes de conducir la prueba de presión negativa o positiva, deberá decirse al sujeto que se asiente la careta en la cara moviendo la cabeza de lado a lado y arriba y abajo, lentamente, mientras hace algunas inhalaciones profundas. Deberá seleccionarse otra careta y volverse a probar si el sujeto de prueba no pasa la prueba de ajuste.

(a). *Prueba de presión positiva.* Cierre la válvula de exhalación y exhale suavemente en la careta. El ajuste de la cara se considera satisfactorio si puede lograrse una ligera presión positiva dentro de la careta sin evidencia de escape de aire al exterior del sello. Para la mayoría de los respiradores este método de probar escapes requiere al usuario a remover primero la cubierta de la válvula de exhalación antes de cerrar la válvula de exhalación y luego volverla a poner cuidadosamente después

de la prueba.

(b). *Prueba de presión negativa.* Cierre la abertura de entrada del canasto o cartucho cubriéndola con la palma de la mano, o sustituyendo los sellos de filtro. Inhale suavemente de modo que la careta se colapse ligeramente, y aguante la respiración por 10 segundos. Si la careta permanece en su condición ligeramente colapsada y no se detecta escape de aire hacia adentro, la apretura del respirador se considera satisfactoria.

9. La prueba no deberá ser conducida si hay crecimiento de pelo entre la piel y la superficie de sello de la careta, tal como barba incipiente, barba o patillas largas que crucen la superficie de sello del respirador. Cualquier tipo de prenda de vestir que interfiera con un ajuste satisfactorio deberá ser alterada o removida.

10. Si un sujeto de prueba exhibe dificultad en respirar durante la prueba, deberá ser referido a un médico adiestrado en enfermedades pulmonares o medicina respiratoria para determinar, de acuerdo con el párrafo (1)(2) y (3) de esta norma si el sujeto de prueba puede usar respirador mientras lleva a cabo sus deberes.

11. Al sujeto de prueba deberá darse la oportunidad de usar el respirador existosamente ajustado por un período de dos semanas. Si en cualquier tiempo durante este período el respirador resulta incómodo, al sujeto de prueba deberá darse la oportunidad de seleccionar una careta diferente y volverse a probar.

12. El patrono deberá mantener un expediente de la prueba de ajuste administrada al empleado. El expediente deberá contener al menos la siguiente información:

- (a) Nombre del empleado;
- (b) Tipo de respirador;
- (c) Marca y tamaño del respirador;
- (d) Fecha de prueba; y
- (e) Donde se use QNFT, el factor de ajuste y la gráfica registrada u otro registro de los resultados de la prueba. El expediente deberá mantenerse hasta que se administre la próxima prueba de ajuste.

13. Régimen de ejercicios. Antes del comienzo de una prueba de ajuste, al sujeto de prueba deberá darse una descripción de la prueba de ajuste y de las responsabilidades del sujeto de prueba durante el procedimiento de prueba. La descripción del proceso deberá incluir una descripción de los ejercicios de prueba que el sujeto llevará a cabo. El respirador a ser probado deberá ser usado por al menos cinco minutos antes de comenzar la prueba de ajuste.

14. Ejercicios de prueba. El sujeto de prueba deberá llevar a cabo ejercicios, en el ambiente de prueba, en la manera descrita a continuación:

- (a) Respiración normal. En posición normal de pie, sin hablar, el sujeto deberá respirar normalmente.
- (b) Respiración profunda. En posición normal de pie, sin hablar, el sujeto deberá respirar lenta y

profundamente, teniendo cuidado de no hiperventilar.

(c) Volver la cabeza de lado a lado. De pie, el sujeto deberá volver la cabeza de lado a lado entre las posiciones extremas a cada lado. La cabeza deberá sostenerse en cada extremo momentáneamente, de modo que el sujeto pueda inhalar a cada lado.

(d) Mover la cabeza de arriba a abajo. De pie, el sujeto deberá mover lentamente la cabeza hacia arriba y hacia abajo. Deberá instruirse al sujeto a inhalar en la posición arriba (i.e., al mirar hacia el techo).

(e) Hablar. El sujeto deberá hablar en voz alta, lentamente y lo suficientemente alto, de manera que pueda ser oído claramente por el conductor de la prueba. El sujeto puede leer de un texto preparado tal como el Rainbow Passage, contar en regresiva desde cien, o recitar un poema o canción memorizado.

(f) Muecas. El sujeto de prueba deberá hacer muecas al reírse o fruncir el seño.

(g) Doblarse. El sujeto de prueba deberá doblarse a la cintura como si fuera a tocarse los pies. Correr en el sitio deberá ser sustituido por este ejercicio en aquellos ambientes de prueba tal como unidades QNFT del tipo protegido, que prohíben doblarse a la cintura.

(h) Respiración normal. Igual que el ejercicio 1. Cada ejercicio de prueba deberá ejecutarse por un minuto, excepto el ejercicio de las muecas, que deberá llevarse a cabo por 15 segundos. El sujeto de prueba deberá ser cuestionado por el conductor de la prueba en relación a la comodidad del respirador al completarse el protocolo. Si se ha vuelto incómodo, deberá probarse otro modelo de respirador.

Protocolos de pruebas de ajuste cualitativas (QLFT)

1. *General*

(a) El patrono deberá asignar a individuos específicos que deberán asumir toda la responsabilidad de implantar el programa de prueba de ajuste cualitativa.

(b) El patrono deberá asegurarse de que esas personas que administran las QLFTs sean capaces de preparar soluciones de prueba, calibrar equipo y llevar a cabo las pruebas apropiadamente, reconocer las pruebas no válidas, y asegurarse de que el equipo esté en buen funcionamiento.

(c) El patrono deberá asegurarse de que el equipo de QLFT esté limpio y bien mantenido, de modo que opere dentro de los parámetros para los cuales fue diseñado.

2. *Protocolo de acetato de isoamyl*

(a) Selección de umbral de olor. La prueba de selección de umbral de olor, conducida sin usar un

respirador, tiene la intención de determinar si el individuo probado puede detectar el olor del acetato de isoamyl.

(1) Se requiere tres frascos de vidrio de un litro con tapas de metal.

(2) Deberá usarse agua sin olor (agua destilada o agua de manantial), a aproximadamente 25 grados C para las soluciones.

(3) La solución base de acetato de isoamyl (IAA) (también conocido como acetato de isopentyl), se prepara añadiendo 1 cc de IAA puro a 800 cc de agua en un frasco de un litro y agitándolo por 30 segundos. Deberá prepararse una nueva solución al menos semanalmente.

(4) La prueba de selección deberá ser conducida en un cuarto separado del cuarto usado para la prueba de ajuste en sí. Los dos cuarto deberán estar bien ventilados y no deberán estar conectados al mismo sistema de ventilación recirculante.

(5) La solución de prueba de olor es preparada en un segundo frasco, colocando 0.4 cc de la solución básica en 500 cc de agua sin olor, usando un gotero o pipeta limpios. La solución deberá ser agitada por 30 segundos y permitir que desacanse por dos o tres minutos, de modo que la concentración de IAA sobre el líquido pueda alcanzar equilibrio. Esta solución deberá usarse por sólo un día.

(6) Deberá prepararse un blanco de prueba en un tercer frasco, añadiendo 500 cc de agua sin olor.

(7) Los frascos de la prueba de olor y el blanco de prueba deberán ser etiquetados 1 y 2 para identificación de frasco. Las etiquetas deberán ser colocadas en las tapas, de modo que puedan quitarse periódicamente, secarse y cambiarse para mantener la integridad de la prueba.

(8) La siguiente instrucción deberá escribirse en una tarjeta y colocarse sobre la mesa frente a los dos frascos de prueba (i.e., 1 y 2): "El propósito de esta prueba es determinar si puede oler aceite de banana a baja concentración. Las dos botellas frente a usted contienen agua. Una de ellas también contiene una pequeña cantidad de aceite de banana. Asegúrese de que las tapas estén apretadas, luego agite cada botella por dos segundos. Destape cada botella, una a la vez, y huela la boca de la botella. Indique al conductor de la prueba cual botella contiene el aceite de banana."

(9) Las mezclas usadas en la prueba de detección de olor a IAA deberán prepararse en un área separada de dónde se esté conduciendo la prueba, para evitar la fatiga olfatoria en el sujeto.

(10) Si el sujeto de prueba es incapaz de identificar correctamente el frasco que contiene la solución de prueba de olor, no debe llevarse a cabo la prueba de ajuste cualitativa.

(11) Si el sujeto de prueba identifica correctamente el frasco que contiene la solución de prueba de olor, el sujeto de prueba puede proceder a la selección de respirador y prueba de ajuste.

(b) Prueba de ajuste de acetato de isoamyl-

(1) La primera cámara de prueba deberá ser similar a forro de bidón de 55 galones suspendido invertido sobre un marco de dos pies de diámetro, de modo que la parte de arriba de la cámara esté alrededor de seis pulgadas sobre la cabeza del sujeto de prueba. El centro interior de arriba de la cámara deberá tener un pequeño gancho adherido.

(2) Todo respirador usado para el ajuste y prueba de ajuste deberá estar equipado con cartuchos de vapores orgánicos u ofrecer protección contra vapores orgánicos. Los cartuchos o máscaras deberán cambiarse al menos semanalmente.

(3) Después de seleccionar, ponerse y ajustarse apropiadamente un respirador, el sujeto de prueba deberá usarlo para entrar al cuarto de prueba. Este cuarto deberá estar separado del cuarto usado para la selección de umbral de olor y selección de respirador, y deberá estar bien ventilado, como por un abanico de educación o una campana de laboratorio, para evitar la contaminación general del cuarto.

(4) Deberá adherirse una copia de los ejercicios de prueba y cualquier texto preparado al interior de la cámara de prueba .

(5) Al entrar a la cámara de prueba, al sujeto de prueba deberá darse un pedazo de papel toalla de seis por cinco pulgadas, u otro material poroso, absorbente, de pliego sencillo, doblado a la mitad y mojado con 0.75 CC de IAA puro. El sujeto de la prueba deberá colgar la toalla mojada del gancho en la parte de arriba de la cámara.

(6) Dejar pasar dos minutos para que la concentración de prueba de IAA se estabilice antes de comenzar los ejercicios de la prueba de ajuste. Este sería un tiempo apropiado para hablar con el sujeto de prueba; para explicar la prueba de ajuste, la importancia de su cooperación y el propósito del ejercicio de la cabeza; y para demostrar algunos de los ejercicios.

(7) Si en cualquier tiempo durante la prueba, el sujeto detecta olor a banana del IAA, el ajuste del respirador es inadecuado. El sujeto deberá salir rápidamente de la cámara de prueba y abandonar el área de prueba para evitar fatiga olfatoria.

(8) Si el ajuste del respirador fue inadecuado, el sujeto deberá regresar al cuarto de selección y remover el respirador, repetir la prueba de sensibilidad al olor, seleccionar y ponerse otro respirador, repetir la prueba de sensibilidad al olor, regresar a la cámara de prueba y empezar nuevamente con el proceso descrito en el párrafo (I)(B)(2)(b)(1) al (7) en este apéndice. Este proceso continua hasta que se halle un respirador ajuste bien. De fallarse la prueba de sensibilidad al olor, el sujeto deberá esperar alrededor de cinco minutos antes de volver a probar. La sensibilidad al olor usualmente habrá vuelto para ese tiempo.

(9) Cuando se halle un respirador que pase la prueba, su eficacia para el sujeto deberá ser demostrada haciendo que el sujeto rompa el sello facial y haga una inhalación profunda antes de salir

de la cámara.

(10) Cuando el sujeto de prueba abandone la cámara, el sujeto deberá remover la toalla saturada y devolverla a la persona que conduce la prueba. Para mantener el área de prueba sin que se contamine, la toalla usada deberá mantenerse en una bolsa de autocierre, de modo que no haya una acumulación de concentración significativa de IAA en la cámara de prueba durante pruebas subsiguientes.

3. *Protocolo de emanaciones irritantes*

(a) El respirador a ser probado deberá estar equipado con filtros de aire particulado de alta eficiencia (HEPA).

(b) Al sujeto de prueba deberá permitírsele oler una débil concentración del humo irritante antes de que se ponga el respirador, para que se familiarice con el olor característico.

(c) Rompa ambos extremos de un tubo de humo de ventilación que contenga oxícloruro estannoso, tal como el MSA part No. 5645, o equivalente. Adhiera un extremo del tubo de humo a una bomba de aire de bajo flujo, puesta para suministrar 200 mililitros por minuto .

(d) Advierta al sujeto de prueba de que el humo puede ser irritante a los ojos e instruya al sujeto de prueba a mantener los ojos cerrados mientras se lleva a cabo la prueba.

(e) El conductor de la prueba deberá dirigir la corriente de humo irritante del tubo de humo hacia el área del sello facial del sujeto de prueba. Deberá comenzar al menos a 12 pulgadas de la careta y gradualmente moverse a menos de una pulgada, moviéndose alrededor de todo el perímetro de la máscara.

(f) Deberá realizarse los ejercicios identificados en la sección I, A. 14 por el sujeto de la prueba mientras el sello del respirador es retado por el humo.

(g) A todo sujeto de prueba que pase la prueba de humo sin evidencia de respuesta deberá darse un cotejo de sensibilidad al humo del mismo tubo, una vez el respirador haya sido removido para determinar si reacciona al humo. Si no se obtiene una respuesta, invalidará la prueba de ajuste.

(h) La prueba de ajuste deberá conducirse en una localización con ventilación de educación suficiente para evitar la contaminación general del área de prueba por el agente de prueba.

C. Protocolo de prueba de ajuste cuantitativa (QNFT)

1. General

(a) El patrono deberá asignar a individuos específicos que deberán asumir toda la responsabilidad de implantar el programa de pruebas de ajuste cuantitativas de respirador.

(b) El patrono deberá asegurar que las personas que administran las QNFT sean capaces de calibrar equipo y llevar a cabo las pruebas apropiadamente, reconocer pruebas no válidas, calcular los factores de ajuste apropiadamente y asegurarse de que el equipo de prueba esté en buenas condiciones de funcionamiento.

(c) El patrono deberá asegurar que el equipo de QNFT se mantenga limpio y bien mantenido, como para operar en los parámetros para los cuales fuera diseñado.

2. Definiciones

(a) Prueba de ajuste cuantitativa. Esta prueba se lleva a cabo en una cámara de prueba. El elemento purificador de aire normal del respirador es sustituido por un filtro de aire particulado de alta eficiencia (HEPA) en el caso de aerosoles o sorbentes QNFT particulados que ofrecen protección de penetración de contaminante equivalente a filtros de alta eficiencia donde el agente de prueba QNFT es un gas o vapor.

(b) Agente retante significa el aerosol, gas o vapor introducido a la cámara de prueba, de modo que la concentración dentro y fuera del respirador pueden ser medidas.

(c) Sujeto de prueba significa la persona que use el respirador para una prueba de ajuste cuantitativa.

(d) Posición normal de pie significa pararse erecto y derecho con los brazos hacia abajo a los lados y mirando al frente.

(e) Método de penetración pico máximo significa el método de determinar la penetración del agente de prueba en el respirador, según determinado por el registro en la gráfica de cinta de la prueba. La penetración pico más alta para un ejercicio dado se toma para representar la penetración promedio al respirador para ese ejercicio.

(f) Método de penetración pico máximo significa el método de determinar la penetración del agente de prueba al respirador, utilizando un registro de gráfica de cinta, integrador o computadora. La penetración del agente está determinada por un promedio de las alturas pico en la gráfica o por integración computadorizada, para cada ejercicio, excepto el ejercicio de muecas. Los integradores o computadoras que regulan la penetración actual del agente de prueba al respirador para cada ejercicio se considerará que también cumplen con los requisitos del método de penetración pico promedio.

(g) "Factor de ajuste" significa la razón de la concentración del agente retante fuera, respecto al interior de la cubierta de entrada del respirador (careta o recintado).

3. Aparato

(a) Instrumentación. Deberá usarse sistemas de generación de aerosol, dilución y medición que usen aceite de maíz o cloruro de sodio como aerosoles de prueba para pruebas de ajuste cuantitativas.

(b) Cámara de prueba. La cámara de prueba deberá ser lo suficientemente grande para permitir a todos los sujetos de prueba que lleven a cabo libremente todos los ejercicios requeridos sin alterar la concentración del agente retante o el aparato de medición. La cámara de prueba deberá estar equipada y construida de modo que el agente retante esté efectivamente aislado del aire ambiental, pero uniforme en concentración por toda la cámara.

(c) Al probar respiradores purificadores de aire, el elemento de filtro normal o elemento de cartucho deberán ser sustituidos por un filtro particulado de alta eficiencia suplido por el mismo fabricante.

(d) El instrumento de muestreo deberá ser seleccionado de modo que pueda hacerse un registro de gráfica de cinta de esta prueba que muestre las altas y bajas de la concentración del agente retante con cada inhalación y exhalación a factores de ajuste de al menos 2,000. Los integradores o computadoras que integren la cantidad de escape de penetración de agente de prueba al respirador para cada ejercicio pueden usarse, siempre que se haga un registro de las lecturas.

(e) La combinación de los elementos purificadores de aire, agente retante y concentración de agente retante en la cámara de prueba deberá ser tal que el sujeto a prueba no sea expuesto en exceso a un límite de exposición establecido para el agente retante, en cualquier tiempo durante el proceso de prueba.

(f) El puerto de muestreo en el respirador espécimen de prueba deberá estar colocado y construido de modo que no ocurra escape alrededor del puerto (e.g., donde el respirador sea examinado), se permita un flujo libre de aire en todo tiempo a la línea de muestreo y de manera que no haya interferencia con el ajuste o ejecución del respirador.

(g) La cámara de prueba y el escenario de prueba deberá permitir a la persona que administra la prueba que observe al sujeto de prueba dentro de la cámara durante la prueba.

(h) El equipo generador de la atmósfera retante deberá mantener la concentración del agente retante dentro de la cámara de prueba constante a dentro de una variación de 10 por ciento por la duración de la prueba.

(i) El retraso de tiempo (intervalo entre un evento y el registro del evento en la gráfica de cinta. Deberá haber una asociación clara entre la ocurrencia de un evento dentro de la cámara de prueba y su registro.

(j) El entubado para líneas de muestreo para la cámara de prueba y para el puerto de muestreo del respirador deberá ser de igual diámetro y del mismo material. La longitud de las dos líneas deberá ser igual.

(k) El flujo de educación de la cámara de prueba deberá pasar a través de un filtro de alta eficiencia antes de ser liberado.

(l) Cuando se use aerosol de cloruro de sodio, la humedad relativa dentro de la cámara de prueba no deberá exceder a 50%.

(m) Las limitaciones de detección del instrumento deberán tomarse en cuenta al determinar el factor de ajuste.

(n) Los respiradores de prueba deberán ser mantenidos en condiciones de trabajo apropiadas e inspeccionada en busca de deficiencias tales como grietas, válvulas y arandelas perdidas, etc.

4. Requisitos procedurales

(a) Al realizar las pruebas de presión negativa y positiva iniciales, la línea de muestreo deberá ser rebordeada para evitar escape de presión de aire durante cualquiera de estas pruebas.

(b) Una prueba abreviada de acetato de isoamyl o prueba de humo irritante puede ser utilizada para identificar rápidamente los respiradores de ajuste pobre que pasaran la prueba de presión positiva y/o negativa y así reducir la cantidad de tiempo de QNFT. Al conducir una prueba de acetato de isoamyl, deberá usarse una combinación cartuchos/canastos de vapor orgánico de alta eficiencia.

(c) Deberá medirse una concentración razonablemente estable del agente retante antes de la prueba. Para las unidades de prueba tipo dosel o cortina de baño, la determinación de la estabilidad del agente retante puede ser establecida después de que el sujeto de prueba haya entrado al ambiente de prueba.

(d) Inmediatamente después de que el sujeto de prueba entre a la cámara de prueba, la concentración del agente retante dentro del respirador deberá ser medida para asegurar que la penetración pico no exceda a 5% para media máscara 1% para careta completa.

(e) Deberá obtenerse una concentración de reto estable antes del comienzo actual de la prueba.

(f) Las correas de amarre del respirador no deberán estar excesivamente apretadas para la prueba. Las correas deberán ser ajustadas por el usuario sin ayuda de otras personas para dar un ajuste razonablemente cómodo típico del uso normal.

(g) La prueba deberá ser terminada siempre que cualquier penetración pico sencillo exceda a 5% para medias máscaras y 1% para respiradores de careta completa. El sujeto de prueba deberá ser reajustado y vuelto a probar. Si dos de las tres pruebas requeridas son terminadas, el ajuste deberá considerarse inadecuado.

(h) Para completar exitosamente una QNFT, se requiere tres pruebas de ajuste exitosas. Los resultados de cada una de las tres pruebas de ajuste independientes deben exceder al factor de ajuste mínimo necesario para la clase de respirador (e.g., respirador de media máscara, respirador de careta

completa).

(i) Cálculo de los factores de ajuste.

(1) El factor de ajuste deberá ser determinado para la prueba de ajuste cuantitativa tomando la razón de la concentración promedio de la cámara a la concentración dentro del respirador.

(2) La concentración promedio de cámara de prueba es el promedio aritmético de la concentración de la cámara de prueba al comienzo y al final de la prueba.

(3) La concentración del agente de prueba dentro del respirador deberá ser determinada por uno de los siguientes métodos:

(i) Concentración pico promedio;

(ii) Concentración pico máxima;

(iii) Integración mediante el cálculo del área bajo el pico individual para cada ejercicio. Esto incluye integración computadorizada.

(j) Interpretación de los resultados de prueba. El factor de ajuste establecido por la prueba de ajuste cuantitativa deberá ser el más bajo de los valores de factor de ajuste calculados de las tres pruebas de ajuste requeridas.

(k) Al sujeto de prueba no se le permitirá usar un respirador de media máscara o un respirador de careta completa a menos que se obtenga un factor de ajuste mínimo equivalente al menos a 10 veces el nivel de exposición peligrosa.

(l) Los filtros usados para pruebas de ajuste cuantitativas deberán ser sustituidos al menos semanalmente, o cada vez que se encuentre resistencia a la respiración, o cuando el agente de prueba haya alterado la integridad de los medios de filtro. Los cartuchos/canastos de vapores orgánicos deberán ser sustituidos diariamente (cuando usados), o antes si hay indicio de entrada por algún agente de prueba.

Apéndice D a la '____ -Entrevista de historial de salud ocupacional con referencia a exposición a cadmio.

Direcciones

(A ser leído y firmado por el empleado antes de la entrevista)

Por favor, conteste a las preguntas que se le hará tan completa y cuidadosamente como pueda. Estas preguntas se hacen a todo el que trabaja con cadmio. También se le pedirá muestras de sangre y orina. El médico le dará a su patrono una opinión escrita sobre si está físicamente capacitado para trabajar con cadmio. Legalmente, el médico no puede compartir información personal que usted pueda darle con su patrono. La siguiente información se considera estrictamente confidencial. Los resultados de la prueba le llegarán a usted, su médico y su patrono. También recibirá una hoja de información explicando los resultados de cualquier monitoreo biológico o exámenes físico ejecutados.

Si ha sido recientemente reclutado, los resultados de la entrevista y los exámenes serán usados para:

- (1) Establecer su status de salud y ver si trabajar con cadmio puede esperarse que cause problemas inusuales.
- (2) Determinar su status de salud hoy y ver si hay cambios a través del tiempo.
- (3) Ver si puede usar un respirador con seguridad.

Si no es un nuevo reclutamiento:

OSHA dice que cualquiera que trabaje con cadmio puede hacerse exámenes médicos periódicos ejecutados por un doctor. Las razones para esto son:

- (a) Si hay cambios en su salud, ya sea debido al cadmio o cualquier otra razón, hallarlos temprano,
- (b) para evitar daño renal.

Por favor, firme a continuación.

He leído estas direcciones y las entiendo:

Firma del empleado: _____

Fecha: _____

Gracias por constestar a estas preguntas

(Formato sugerido)

Nombre: _____

Edad: _____

Seguro Social: _____

Compañía: _____

Trabajo: _____

Tipo de examen precolocación:

- Periódico
- Terminación
- Inicial
- Otro

Presión sanguínea: _____

Índice de pulso: _____

1.) Por cuánto tiempo ha trabajado en el trabajo antes mencionado?

- Aún no reclutado
- Número de meses
- Número de años

2. Deberes de trabajo, etc:

3.) Le ha dicho un médico que tenía bronquitis?

- Sí
- No

Si sí,) hace cuánto tiempo?

- Número de meses
- Número de años

4.) Alguna vez le ha dicho un médico que tiene enfisema?

- Sí
- No

Si sí,) hace cuánto tiempo?

- Número de años
- Número de meses

5.) Le ha dicho un médico que tiene otros problemas pulmonares?

- Sí
- No

Si sí, describa el tipo de problemas pulmonares y cuándo tuvo estos problemas. _____

---

6. En el pasado año, ¿ha tenido tos?

Sí

No

Si sí, ¿tosía esputo?

Sí

No

Si sí, ¿cuánto duró la tos con producción de esputo?

Menos de tres meses

Tres meses o más

Si sí, ¿por cuántos años ha tenido episodios de tos con producción de esputo que dure tanto tiempo?

Menos de uno

1

2

Más de dos

7. ¿Alguna vez ha fumado cigarrillos?

Sí

No

8. ¿Fuma cigarrillos ahora?

Sí

No

9. Si fuma o ha fumado cigarrillos ¿por cuántos años ha fumado o fuma?

Menos de un año

Número de años

¿Cuál ha sido el número mayor de paquetes por día que haya fumado?

Número de paquetes

Si dejó de fumar cigarrillos, ¿cuántos años hace que lo dejó?

Menos de un año

Número de años

¿Cuántos paquetes al día fuma ahora?

Número de paquetes por día

10. ¿Alguna vez le ha dicho un médico que tiene una enfermedad o desorden del tracto urinario?

Sí

No

11. ¿Ha tenido alguna vez alguno de estos desórdenes?

Cálculos renales Sí No

Proteína en orina Sí No

Sangre en orina   Sí No
Dificultad al orinar   Sí No
Otros desórdenes renales/urinarios   Sí No

Por favor, describa los problemas, edad, tratamiento y seguimiento para cualesquiera problemas renales   o   urinarios   que   haya   tenido:

_____.

12.) Alguna vez le ha dicho un médico o cualquier otro proveedor de cuidado de la salud que le haya tomado la presión, que su presión sanguínea estaba alta?

Sí
 No

13.) Se le ha aconsejado alguna vez que tome medicamentos para la presión sanguínea?

Sí
 No

14.) Está en la actualidad tomando medicamentos para la presión sanguínea?

Sí
 No

15.) Está tomando cualquier otro medicamento en la actualidad?

Sí
 No

16. Por favor, liste cualquier medicamento para la presión sanguínea u otros medicamentos y describa por cuánto tiempo ha estado tomando cada uno:

Medicamento: _____

_____

Por   cuánto   tiempo   lo   ha   tomado

_____

17.) Alguna vez le ha dicho un médico que tiene diabetes? (azúcar en la sangre u orina)

Sí
 No

Si sí, está viendo a un médico en relación a su diabetes?

Sí
 No

Si sí,) cómo controla su azúcar sanguínea?

Dieta sóloamente

- Dieta y medicamento oral
- Dieta e insulina (inyección)

18.) Alguna vez un médico le ha dicho que tiene:

- Anemia..... Sí No
- Contaje de sangre bajo..... Sí No

19.) En la actualidad siente que se cansa o agota sus energías antes de lo normal o antes que otras personas de su edad?

- Sí
- No
- Si sí,) por cuánto tiempo ha sentido que se cansa fácilmente?
- Menos de un año
- Número de años

20.) Ha dado sangre durante el último año?

- Sí
- No
- Si sí,) cuántas veces?
- Número de veces
-) Cuánto tiempo hace que dió sangre por última vez?
- Menos de un mes
- Número de meses

21. Dentro del último año,) ha tenido alguna lesión con sangrado fuerte?

- Sí
- No
- Si sí,) cuánto hace?
- Menos de un mes
- Número de meses

Describe: _____
_____

22.) Ha sufrido alguna cirugía recientemente?

- Sí
- No
- Si sí, por favor describe:

_____

23.) Ha visto sangre en su excreta últimamente, o después de un movimiento intestinal?

- Sí
- No

24.) Alguna vez se le ha hecho pruebas de sangre en la excreta?

- Sí
- No

Si sí,) demostraron las pruebas sangre en la excreta?

- Sí
- No

) Qué otras evaluaciones y tratamiento se hizo?

Las siguientes preguntas tienen que ver con la capacidad para usar respirador. Puede hallarse información adicional para el médico en The Respiratory Protective Devices Manual.

25.) Alguna vez le ha dicho el médico que tiene asma?

- Sí
- No

Si sí,) está tomando al presente algún medicamento para el asma? Marque todo lo que aplique:

- Vacunas
- Píldoras
- Inhaladores

26.) Ha tendio alguna vez un ataque cardíaco?

- Sí
- No

Si sí,) cuánto tiempo hace?

- Número de años
- Número de meses

27.) Ha tenido alguna vez dolores en el pecho?

- Sí
- No

Si sí,) cuándo suceden usualmente?

- Mientras descansa
- Mientras trabaja
- Mientras se ejercita
- No importa qué actividad

28.) Ha tenido alguna vez problema de tiroides?

- Sí
- No

29.) Ha tenido alguna vez accesos o ataques?

- Sí
- No

30.) Alguna vez ha tenido un infarto (accidente cerebrovascular)?

- Sí
- No

31.) Ha tenido alguna vez un tímpano perforado o un problema de audición serio?

- Sí
- No

32.) Padece en la actualidad de claustrofobia, o sea, miedo a los espacios hacinados o cerrados, o de cualesquiera problemas psicológicos que le dificulten el uso de respirador?

- Sí
- No

Las siguientes preguntas están relacionadas con su historial reproductor.

33.) Ha tenido usted o su pareja problemas para concebir un hijo?

- Sí
- No

Si sí, especifique:

- Usted
- Pareja actual
- Pareja anterior

34.) Ha consultado usted o su pareja a un médico por un problema de fertilidad u otro problema?

- Sí
- No

Si sí, especifique quién consultó al médico:

- Usted
- Conyuge/pareja
- Usted y su pareja

Si sí, especifique el diagnóstico que se le hizo:_____.

35.) Ha concebido usted o su pareja una criatura que resutara en aborto, natimuerto o vástafo deforme?

- Sí
- No

Si sí, especifique:

- Aborto
- Natimuerto
- Vástago deforme

Si el resultado fue un vástago deforme, por favor, especifique el tipo:

36.) Fue esto el resultado de un embarazo de:

- Suyo con su pareja actual
- Suyo con una pareja anterior

37.) Coincidió el tiempo de cualquier embarazo anormal con su empleo actual?

- Sí
- No

Liste las fechas de las ocurrencias:

38.)Cuál es la ocupación de su cónyuge o pareja?

Para mujeres únicamente

39. Tiene períodos menstruales?

- Sí
- No

) Ha tenido irregularidades menstruales?

- Sí
- No

Si sí, especifique el tipo:

Si sí,) en qué fecha aproximada empezó este problema?

Fecha aproximada en que cesó el problema:

Para hombres únicamente

40.) Le ha diagnosticado un médico que tiene problemas de la glándula prostática?

- Sí

No

Si sí, por favor describa el tipo de problemas y qué se hizo para evaluar y tratar el problema:

Apéndice E a la ' _____ -Cadmio en atmósferas de lugares de trabajo

Número de método: ID-189

Matriz: Aire

Límites permisibles de exposición de OSHA: $5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ (TWA), $2.5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ (Nivel de acción TWA).

Procedimiento de recolección: Se atrae un volumen de aire conocido a una cassette de filtro de 37 mm de diámetro, que contenga una membrana de filtro de éster de celulosa mixta de $0.8 \mu\text{m}$ (MCEF).

Volumen de aire recomendado: 960 L

Índice de muestreo recomendado: 2.0 L/min.

Procedimiento analítico: Las muestras de filtros de aire son digeridas con ácido nítrico. Después de la digestión, se añade una pequeña cantidad de ácido hidrocloreídrico. Las muestras son entonces diluidas a volumen con agua desionizada y analizadas ya sea por espectroscopio de absorción atómica de llama (AAS), o espectroscopio de absorción atómica sin llama, usando un atomizador de horno de grafito calentado (AAS-HGA).

Límites de detección:

Cualitativo: $0.2 \mu\text{g}/\text{m}^3$ para una muestra de 200 L por AAS de Llama, $0.007 \mu\text{g}/\text{m}^3$ para una muestra de 60 L por AAS-HGA.

Cuantitativo: $0.70 \mu\text{g}/\text{m}^3$ para una muestra de 200 L mediante ASS de llama, $0.025 \mu\text{g}/\text{m}^3$ para una muestra de 60 L mediante AAS-HGA.

Precisión y exactitud: (Análisis AAS de llama y Análisis AAS-HGA):

Nivel de validación: 2.5 a $10 \mu\text{g}/\text{m}^3$ para un volumen de aire de 400 L, 1.25 a $5.0 \mu\text{g}/\text{m}^3$ para un volumen de aire de 60 L.

CV₁ (agregado): 0.010, 0.043

Tendencia analítica: +4.0%, -5.8%

Error analítico general: $\nabla 6.0\%$, $\nabla 14.2\%$

Clasificación de método: Validado

Fecha: junio, 1992

Inorganic Service Branch II, Salt Lake Technical Center, Salt Lake City, Utah.

Los manufactureros y productos comerciales mencionados en este método son sólo para uso descriptivo y no constituyen endoso por USDOL-OSHA. Puede sustituirse productos similares de otras fuentes.

1. Introducción

1.1. Alcance

Este método describe la recolección de cadmio elemental y compuestos de cadmio aerosuspendidos en filtros de membrana de celulosa de éster mixta de 0.8 μm y su análisis subsiguiente mediante espectroscopio de absorción atómica de llama (AAS), o espectroscopio de absorción atómica sin llama usando un atomizador de horno de grafito calentado (AAS-HGA). Es aplicable para las mediciones de TWA y Nivel de Acción TWA Nivel de Exposición Permisible (PEL). Las dos técnicas analíticas de absorción atómica incluidas en el método no diferencian entre muestras de emanaciones de cadmio y polvo de cadmio. Tampoco diferencian entre cadmio elemental y sus compuestos.

1.2. Principio

El cadmio elemental y los compuestos de cadmio son recogidos en un filtro de membrana de celulosa de éster mixta (MCEF). Las muestras de filtro de aire son digeridas con ácido nítrico concentrado para destruir la matriz orgánica y disolver los analitos de cadmio. Después de la digestión, se añade una pequeña cantidad de ácido hidrociorídrico para ayudar a disolver otros metales que puedan estar presentes. Las muestras son diluidas a volumen con agua desionizada y luego aspiradas a la llama de aire/acetileno oxidante de un espectrofotómetro para análisis del cadmio elemental.

Si la concentración de cadmio en una muestra es demasiado baja para cuantación mediante esta técnica analítica de AAS de llama, y la muestra debe ser promediada con otras muestras para cálculos de TWA, se inyecta alícuotas de la muestra y un modificador de matriz posteriormente a una plataforma L'vov en un tubo de grafito pirolíticamente revestido de una junta de espectrofotómetro/horno de grafito Zeeman para análisis del cadmio elemental. El modificador de matriz se añade para estabilizar el metal de cadmio y minimizar el cloruro de sodio como interferencia durante el paso de quemado a alta temperatura del análisis (5.1., 5.2).

1.3. Historial

Previamente, dos métodos analíticos y de muestreo para cadmio fueron usados concurrentemente (5.3., 5.4.). Ambos de estos métodos también requerían filtros de membrana de éster de celulosa

mixta para la recolección de muestras de aire. Estas muestras de filtros de aire con cadmio eran analizadas ya fuera mediante espectroscopio de absorción atómica de llama (5.3), o espectroscopia de plasma /emisión atómica inductivamente pareados (ICP-AES) (5.4.) Ninguno de estos dos métodos analíticos tienen la sensibilidad adecuada para medir exposiciones de lugar de trabajo a cadmio aerosuspendido en los nuevos más bajos niveles TWA y Nivel de Acción TWA PEL cuando se toman muestras consecutivas a un empleado y los resultados de muestra necesitan ser promediados con otras muestras para determinar un sólo TWA.

La inclusión de dos técnicas analíticas de absorción atómica en el nuevo método de muestreo y análisis para cadmio aerosuspendido permite la cuantación de los resultados sobre un gran alcance de niveles de exposición y períodos de muestreo. La técnica analítica de AAS de llama incluida en este método es similar al procedimiento previo dado en el General Metals Method ID-121 (5.3.), con algunas modificaciones. La sensibilidad de la técnica analítica AAS-HGA incluida en este método es adecuada para medir los niveles de exposición a 1/10 del TWA Nivel de Acción, o más bajo, cuando muestras de menos de turno completo necesitan ser promediadas juntas.

1.4. Propiedades (5.5.)

El cadmio elemental es un metal lustroso blanco plateado, azulado que se corta fácilmente con un cuchillo. Se oxida lentamente con el aire húmedo para formar óxido de cadmio. Es insoluble en agua, pero reacciona prontamente con ácido nítrico diluido. Algunas de las propiedades físicas y otra información descriptiva del cadmio elemental se ofrecen a continuación:

CAS No.....	7440-43-9
Número atómico.....	48
Símbolo atómico.....	Cd
Peso atómico.....	112.41
Punto de fundición.....	321 grados EC
Punto de ebullición.....	765 grados EC
Densidad.....	8.65 g/mL (25 grados EC)

Las propiedades de compuestos de cadmio específicos están descritas en la referencia 5.5.

1.5. Método de ejecución

A continuación se muestra una sinópsis del método de ejecución. Puede hallarse información adicional en la Sección 4.

1.5.1. Los límites de detección cualitativos y cuantitativos para la técnica analítica ASS con llama son 0.04 µg (0.004 ng/mL) y 0.14 µg (0.014 µg/mL) de cadmio, respectivamente, para un volumen de solución de 10 mL. Estos corresponden, respectivamente, a 0.2 µg/m³ y 0.70 µg/m³ para un

volumen de 200 L de aire.

1.5.2. Los límites de detección cualitativo y cuantitativo para la técnica analítica AAS-HGA son 0.44 ng (0.044 ng/mL) y 1.5 ng (0.15 ng/mL) de cadmio, respectivamente para un volumen de solución de 10L. Este corresponde, respectivamente, a $0.007 \mu\text{g}/\text{m}^3$ y $0.25 \mu\text{g}/\text{m}^3$ para un volumen de 60L de aire.

1.5.3. El promedio de recuperación mediante técnica analítica ASS de llama de 17 muestras que contenían cadmio trazadas con MCEF en el alcance de 0.5 a 2.0 veces la concentración blanco TWA de $5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ (asumiendo un volumen de aire de 400L), 104% con un coeficiente agregado de variaciónreferencia de 104.0% con un coeficiente (CV_1) de 0.010. La técnica analítica de llama exhibió una desviación positiva de +4.0% para el alcance de concentración validado. El error analítico total (OAE) para la técnica AAS de llama fue $\nabla 6.0\%$.

1.5.4. La recuperación por la técnica analítica AAS-HGA de 18 muestras MCEF con trazador isotópico que contienen cadmio en el alcance de 0.5 a 2.0 veces el Nivel de Acción TWA de la concentración de referencia de $2.5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ (asumiendo un volumen de aire de 60 L) fue 94.2% con un coeficiente agregado de variación (CV_1), de 0.043. La técnica analítica AAS-HGA exhibió una desviación negativa de -5.8% para el alcance de concentración validado. El error analítico total (OAE) para la técnica analítica AAS-HGA fue $\nabla 14.2\%$.

1.5.5. La sensibilidad en la absorción atómica de llama está definido como la concentración característica de un elemento requerida para producir una señal de 1% de absorbencia (0.0044 unidades de absorbencia). Los valores de sensibilidad están listados para cada elemento por el fabricante del espectrofotómetro de absorción atómica y ha resultado ser una herramienta diagnóstica muy valiosa para determinar si los parámetros instrumentales son óptimos y si el instrumento está funcionando de acuerdo a lo especificado. La sensibilidad del espectrofotómetro usado en la validación de la técnica analítica AAS de llama estuvo de acuerdo con las especificaciones del fabricante (5.6.); la estándar de cadmio de $2 \mu\text{g}/\text{mL}$ dio una lectura de absorbencia de 0.350 unidades de absorbencia.

1.5.6. La sensibilidad en absorción atómica de horno de grafito está definida en términos de las características de masa, el número de picogramas requerido para dar un valor de absorbencia integrado de 0.0044 absorbencia-ssegundo (5.7.). Los datos sugieren que bajo condiciones de Horno de Plataforma de Temperatura Estabilizada (STPF) (ver Sección 1.6.2.), los valores de masa característicos son transferibles entre el funcionamiento apropiado de los instrumentos para una posición de 20% (5.2.). La característica de masa para análisis STPF de cadmio con una corrección de fondo de zecman listado por el fabricante de instrumento usado en la técnica analítica de validación de ASS-HGA fue de 0.35pg. La característica de valor de masa experimental. La característica de valor de masa experimental observados durante la determinación del alcance de trabajo y los límites de detección de la técnica analítica AAS-HGA fue 0.41 pg.

1.6. Interferencias

1.6.1. Las altas concentraciones de silicatos interfieren en la determinación del cadmio mediante ASS de llama (5.6.). Sin embargo, los silicatos no son significativamente solubles en la matriz ácida usada para preparar las muestras.

1.6.2. Las interferencias, tales como la absorción de trasfondo, están reducidas a un mínimo en la técnica AAS-HGA tomando toda la ventaja del concepto del Horno de Plataforma de Temperatura Estabilizada (STPF). El STPF incluye todos los siguientes parámetros (5.2.):

- a. Absorbencia integrada,
- b. Frecuencia de instrumento electrónica y de muestreo rápida,
- c. Corrección de trasfondo,
- d. Energía máxima de calentamiento,
- e. Atomización de la plataforma L'vov en un tubo de grafito pirolíticamente revestido,
- f. Parada de gas durante la atomización,
- g. Uso de modificadores de matriz.

1.7 Toxicología (5.14.)

La información listada dentro de esta sección es la sinópsis del conocimiento actual de los efectos fisiológicos del cadmio y no está destinada a usarse como la base de la política de OSHA. IARC clasifica el cadmio y ciertos de sus compuestos como carcinógenos del Grupo 2A (probablemente carcinógeno para humanos). Las emanaciones de cadmio son intensamente irritantes al tracto respiratorio. La exposición de lugar de trabajo a cadmio puede causar efectos crónicos y agudos. Los efectos agudos incluyen traqueobronquitis, pneumonitis y edema pulmonar. Los efectos crónicos incluyen anemia, rinitis/anosmia, enfisema pulmonar, proteinuria y cáncer pulmonar. Los órganos primarios de ataque para la enfermedad crónica son los riñones (no carcinogénica), y los pulmones (carcinogénica).

2. Muestreo

2.1. Aparato

2.1.1 La unidad de cassette de filtro para muestreo de aire: Un filtro de membrana de éster de celulosa mixta de 37-mm de diámetro, con un tamaño de poro de 0.8- μ m contenido en un soporte de filtro de cassette de dos o tres piezas (part no. MAWP 037 AO, Millipore Corp., Bedford, MA), 37-mm. El filtro está sostenido por una almohadilla de celulosa de respaldo. EL cassette es sellado antes de usarlo con una banda de gelatina encogible.

2.1.2 Una bomba de muestreo personal calibrada cuyo flujo esté determinado a una precisión de $\pm 5\%$ en el índice de flujo recomendado con la unidad de cassette de filtro alineado.

2.2. Procedimiento

2.2.1. Añadir el cassette preparado a la bomba de muestreo calibrada (la almohadilla de respaldo debe estar de frente a la bomba), usando tubos flexibles. Colocar el dispositivo de muestreo en el empleado, de modo que el aire sea muestreado de la zona de respiración.

2.2.2. Recoger las muestras de aire al índice de flujo de 2.0 L/min. Si el filtro no se sobrecarga, se recomienda mucho una muestra de turno completo (por lo menos siete horas) para mediciones TWA y Nivel de Acción TWA con un volumen de aire máximo de 960 L. Si ocurre sobrecarga, recoja muestras de aire consecutivas para períodos de muestreo más cortos para cubrir todo el turno de trabajo.

2.2.3. Volver a colocar los tapones de los extremos en los cassettes de filtro inmediatamente después de muestrear. Registrar las condiciones de muestreo.

2.2.4. Envolver seguramente cada cassette de filtro de muestra extremo con extremo, con un sello de muestra Forma 21 de OSHA.

2.2.5. Someter al menos una muestra blanco con cada serie de muestras de aire. La muestra blanco debe ser manejada igual que las otras muestras, excepto que no se hace pasar aire por ellas.

2.2.6. Embarque las muestras al laboratorio para análisis tan pronto sea posible, en un envase apropiado diseñado para evitar daño en el tránsito.

3. Análisis

3.1. Precauciones de seguridad

3.1.1. Use gafas de seguridad, ropa protectora y guantes durante todo tiempo.

3.1.2. Maneje las soluciones ácidas con cuidado. Maneje todas las muestras de cadmio y las soluciones ácidas con extremo cuidado (ver la Sección 1.7.). Evite su contacto directo con superficies de área de trabajo, ojos, piel y ropa. Enjuague con mucha agua las soluciones ácidas que hagan contacto con la piel u ojos.

3.1.3. Ejecute todas las digestiones ácidas y diluciones ácidas en una campana de educación, mientras usa un escudo protector de cara. Para evitar las exposiciones a vapores ácidos, no remueva los vasos de filtración en caliente que contengan soluciones ácidas concentradas de la campana de educación hasta que hayan vuelto a la temperatura ambiente y hayan sido diluidas o vaciadas.

3.1.4. Ejercite cuidado al usar cristalería de laboratorio. No use pipetas, matraces graduados, vasos

de filtración u otra cristalería con bordes afilados expuestos para evitar la posibilidad de cortes o abrasiones.

3.1.5. Nunca pipete con la boca.

3.1.6. Refiérase a los manuales de instrucciones y SOPs del instrumento (5.8., 5.9.) para operación apropiada y segura del espectrofotómetro de absorción atómica, atomizador de horno de grafito y equipo asociado.

3.1.7. Debido a que elementos metálicos y otras sustancias tóxicas son vaporizadas durante la operación de ASS de llama u operación de horno de grafito y equipo asociado, es imperativo que se use una ventila de educción. Asegúrese siempre de que el sistema de educción esté operando apropiadamente durante el uso.

3.2. Aparato para muestreo y preparación estándar

3.2.1. Placa calentadora, capaz de alcanzar 150 grados C, instalada en una campana de educción.

3.2.2. Vasos de filtración, 125 mL.

3.2.3. Botellas, boca estrecha, polietileno o cristal, con tapas a prueba de escapes; usadas para almacenar estándares o modificadores de matriz.

3.2.4 Matraces volumétricos, pipetas volumétricas, vasos de filtración y otra cristalería genral de laboratorio asociado.

3.2.5. Forceps y otro equipo asociado general de laboratorio.

3.3. Aparato para Análisis de AAS de llama

3.3.1. Espectrofotómetro de absorción atómica consistente en:

Nebulizador y cabezal de quemador

Dispositivos reguladores de presión capaces de mantener presiones constantes de oxidante y combustible

Sistema óptico capaz de aislar la longitud de onda de radiación deseada (228.8 nm)

Rendija ajustable

Dispositivo medidor y amplificador de luz

Despliegue, gráfica de cinta o interface de computadora para indicar la cantidad de radiación absorbida

Lámpara de cátodo hueco de cadmio o lámpara de descarga sin electrodo (EDL) y suministro de energía

3.3.2. Oxidante: aire comprimido, filtrado para remover agua, aceite y otras materias foráneas.

3.3.3. Combustible: tanques estándares comercialmente disponibles de acetileno disuelto en acetona; los tanques deben estar provistos de protectores contra inflamación.

Precaución: No use grados de acetileno que contengan solventes que no sean acetona, porque pueden dañar los tubos de PVC usados en algunos instrumentos.

3.3.4. Válvulas reductoras de presión: reguladores de presión de dos manómetros, dos etapas para mantener las presiones del combustible y el oxidante algo más alta que las presiones de operación controladas del instrumento.

3.3.5. Ventilación de educación instalada directamente sobre el cabezal del quemador del espectrofotómetro.

3.4. Aparato para Análisis ASS-HGA

3.4.1. Espectrofotómetro de absorción atómica consistente en un:

Atomizador de horno de grafito calentado (HGA), con sistema de purga de argón

Dispositivos reguladores de presión capaces de mantener constante la presión de purga del argón
Sistema óptico capaz de aislar la longitud de onda de radiación deseada (228.8 nm)

Hendija ajustable

Dispositivo medidor y amplificador de luz

Despliegue, gráfica de cinta o interface de computadora para indicar la cantidad de radiación absorbida (como absorbencia integrada, área pico)

Corrector de trasfondo: Arco Zeeman o deuterio. Se recomienda el corrector de trasfondo Zeeman.

Lámpara de cátodo hueco de cadmio o lámpara de descarga sin electrodo (EDL) y suministro de energía.

Automuestreador capaz de inyectar exactamente de 5 a 20 μL alícuotas de muestra a la Plataforma

L'vov en un tubo de grafito

3.4.2. Tubos de grafito pirolíticamente revestidos que contengan plataformas L'vov sólidas, pirolíticas.

3.4.3. Copas de muestra de polietileno, de 2.0 a 2.5 mL para usar con el automuestreador.

3.4.4. Gas de purga inerte para el atomizador de horno de grafito; cilindro de gas comprimido de argón purificado.

3.4.5. Regulador de presión de dos manómetros, dos etapas, para el cilindro de gas argón.

3.4.6. Suministro de agua de enfriamiento para el atomizador de horno de grafito.

3.4.7. Ventila de edución instalado directamente sobre el horno de grafito

3.5. Reagentes

Todos los reagentes deben ser reagente grado analítico ACS o mejor.

3.5.1. Agua desionizada con una conductancia específica de menos de 10 μ S.

3.5.2. Acido nítrico concentrado, HNO_3 .

3.5.3. Acido hidrociorídrico concentrado, HCl .

3.5.4. Fosfato de amonio, monobásico, $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$.

3.5.5. Nitrato de magnesio, $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$.

3.5.6. Solución de dilución (4% HNO_3 0.4% HCl): Añadir 40 mL HNO_3 y 4 mL HCl cuidadosamente a aproximadamente 500 mL de agua deionizada.

3.5.7. Solución básica estándar de cadmio, 1,000 $\mu\text{g}/\text{mL}$: Use 1,000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ de un estándar de cadmio certificado comercialmente disponible, o alternativamente, disuelva 1.0000 de metal de cadmio en un volumen mínimo de 1:1 HCl y diluya a 1 L con 4% HNO_3 . Observe la fecha de expiración de los estándares comerciales. Disponga apropiadamente de los estándares comerciales sin fechas de expiración o de los estándares preparados después de un año de su recibo o fecha de preparación.

3.5.8. Modificador de matriz para análisis AAS-HGA; Disuelva 1.0 g $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ y 0.15 g $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ en aproximadamente 200 mL agua deionizada. Añada 1 mL HNO_3 y diluya a 500 mL con agua deionizada.

3.5.9. Mezcla de ácido nítrico, 1:1 $\text{HNO}_3/\text{DI H}_2\text{O}$: Añada cuidadosamente un volumen medido de

HNO₃ concentrado a un volumen igual de DI H₂O.

3.5.10. Acido nítrico, 10% v/v: Añadir cuidadosamente 100 mL de HNO₃ concentrado a 500 mL de DI H₂O) y diluir a 1 L.

3.6 Preparación de cristalería

3.6.1. Vasos de filtración Phillips limpios mediante reflujos con 1:1 ácido nítrico sobre un plato caliente en una campana para emanaciones. Enjuagar concienzudamente con agua deionizada e invertir los vasos para que drenen hasta secarse.

3.6.2. Enjuague los matraces volumétricos con ácido nítrico al 10% y agua desionizada antes de usarse.

3.7. Preparación estándar para Análisis AAS de llama

3.7.1. Diluir las soluciones de base: Prepare 1, 5, 10 y 100 µg/mL de solución de base estándar de cadmio haciendo las diluciones en serie apropiadas de 1,000 µg/mL de solución de base estándar de cadmio con la solución diluyente descrita en la Sección 3.5.6.

3.7.2. Estándares de trabajo: Prepare estándares de trabajo de cadmio en el alcance de 0.02 a 2.0 µg/mL haciendo las diluciones en serie apropiadas de las soluciones de base diluidas con la misma solución diluyente. A continuación se da un método de preparación de los estándares de trabajo:

Almacene los estándares de trabajo en botellas de boca estrecha de polietileno o cristal de 500 mL, con tapas a prueba de escapes. Prepare cada doce meses.

3.8 Preparación estándar para análisis AAS-HGA

3.8.1. Diluir las soluciones de base: Prepare 10, 100 y 1,000 mL de solución de base estándar de cadmio haciendo las diluciones de los 1,000 ng/mL por diez apropiadas de la solución de base estándar de cadmio con la solución de dilución descrita en la Sección 3.5.6.

3.8.2. Estándares de trabajo: Prepare estándares de trabajo de cadmio en el alcance de 0.2 a 20 ng/mL haciendo las diluciones en serie apropiadas de las soluciones básicas diluidas con la misma solución diluyente. A continuación se ofrece un método sugerido de la preparación de estándares de trabajo.

Estándar de trabajo (Φg/mL)	Estándar solución (Φg/mL)	Alicuota (mL)	Vol. Final (mL)

Estándar de trabajo (Φg/mL)	Estándar solución (Φg/mL)	Alicuota (mL)	Vol. Final (mL)
0.2.....	10	2	100
0.5.....	10	5	100
1.....	10	10	100
2.....	100	2	100
5.....	100	2	100
10.....	100	10	100
20.....	1,000	2	100

Almacene los estándares de trabajo en botellas de polietileno o cristal, de boca estrecha, con tapas a prueba de escape. Prepare mensualmente.

3.9 Preparación de muestra

3.9.1. Transfiera cuidadosamente cada filtro de muestra con pinzas de su unidad de cassette de filtro, a un vaso de filtración Phillips de 125-mL separado, limpio, junto con cualquier polvo suelto hallado en el cassette. Etiquete cada vaso Phillips con el número de muestra apropiado.

3.9.2 Digiera la muestra añadiendo 5 mL de ácido nítrico concentrado (HNO₃) a cada vaso Phillips que contenga una muestra de filtro de aire. Coloque los vasos Phillips sobre una placa caliente en una campana de educación y caliente las muestras hasta que quede aproximadamente 0.5 mL. La solución de muestra en cada vaso Phillips debe volverse transparente. Si no es transparente, digiera la muestra con otra porción de ácido nítrico concentrado.

3.9.3. Después de completar la digestión HNO₃ y enfriar las muestras, añada 40 μL (dos gotas) de HCL concentrado a cada solución de muestra de aire y mueva el contenido alrededor del vaso. Añada cuidadosamente alrededor de 5 mL de agua desionizadavirtiéndola al interior de cada vaso.

3.9.4. Transfiera cuantitativamente cada solución de muestra de aire enfriada de cada vaso Phillips a un matraz volumétrico limpio de 10-mL. Diluya cada matraz a volumen con agua desionizada y mezcle bien.

3.10 Análisis AAS de llama.

3.10.1. Ajuste el espectroscopio para aire/acetileno de absorción atómica para análisis de llama de cadmio de acuerdo al SOP (5.8) de las instrucciones de operación del fabricante. Para la lámpara de cátodo hueco de cadmio o lámparas de descarga sin electrodo operadas en el índice recomendado por el fabricante para operación continua. Permita que lámpara se caliente a 10 a 20 minutos, o hasta que la potencia de salida se estabilice. Optimice las condiciones tales como posición de lámpara, alineamiento de cuerpo quemador, índices de flujo de combustible y oxidante,

etc. Ver el SOP o manuales de instrumentos específicos para los detalles. Los parámetros instrumentales para el Perkin-Elmer Model 603 usado en la validación de este método están en apéndice A.

Analizar todas las muestras de aire para su contenido de cadmio por espectroscopía de absorción atómica para el análisis de llama de cadmio de acuerdo las instrucciones que se dan a continuación.

3.10.2 aspire y mida la absorbencia de una solución estándar de cadmio. La concentración estándar debe esta dentro del alcance lineal. Para instrumentación usada en la validación de este método, un estándar de cadmio de 2 µg/mL da una lectura de absorbencia neta de alrededor 0.350 unidades de absorción (ver la Sección 1.5.5.) cuando el instrumento y la lámpara estén funcionando según las especificaciones del fabricante.

3.10.3. Para aumentar la respuesta de instrumento, expanda a escala la lectura de absorbencia de los 2 µg/mL de estándar de trabajo aspirada aproximadamente cuatro veces. Aumente el tiempo de integración a al menos tres segundos para reducir el ruido de señal.

3.10.4. Ponga a cero automáticamente al instrumento mientras aspira un blanco de agua desionizada. Monitoree la variación en la lectura de absorbencia de línea de base (ruido de línea de base), por unos cuantos minutos para asegurar que el instrumento, la lámpara y el equipo asociado estén en buenas condiciones de operación.

3.10.5 aspire los estándares de trabajo y las muestras directamente a la llama y registre sus lecturas de absorbencia. aspire el blanco de agua desionizada inmediatamente después de cada estándar o muestra para corregir y monitorear cualquier desviación o ruido de línea de base. Registre la lectura de absorbencia de cada blanco de agua desionizada. Etiquete cada lectura de estándar o muestra y su lectura de línea de base acompañante.

3.10.6. Se recomienda que la serie completa de estándares de trabajo sean analizadas al comienzo y al final del análisis de una serie de muestras para establecer una curva de concentración-respuesta, asegurar que las lecturas estándar estén de acuerdo entre ellas y sean reproducibles. También analice un estándar de trabajo después de cinco o seis muestras para monitorear la ejecución del espectrofotómetro. Las lecturas estándar deben estar de acuerdo dentro de ± 10 a 15% de las lecturas obtenidas al comienzo del análisis.

3.10.7. Compare las lecturas de las muestras con los estándares durante el análisis. Si la lectura de absorbencia de una muestra está sobre la lectura de absorbencia del estándar de trabajo más alta, diluya la muestra con solución diluyente y reanalice. Use el factor de dilución apropiado en los cálculos.

3.10.8. Repita el análisis de aproximadamente 10% de las muestras para un cotejo de precisión.

3.10.9. Si es posible, analice las muestras de control de calidad de una fuente independiente como un cotejo de recuperación y precisión analíticas.

3.10.10. Registre la posición de regulación final del instrumento al final del análisis. Feche y etiquete el resultado.

3.11. Análisis AAS-HGA

Analice inicialmente todas las muestras de aire para su contenido de cadmio mediante espectroscopía de absorción atómica de llama (ASS), de acuerdo a las instrucciones dadas en la sección 3.10. Si la concentración de cadmio en una solución de muestra es menos de tres veces el límite de detección cuantitativo (0.04 µg/mL (40 ng/mL), para la instrumentación usada en la validación y los resultados de muestra deben ser promediados con otras muestras para cálculos de TWA, proceda con el análisis ASS-HGA de la muestra según descrito a continuación.

3.11.1. Prepare el espectrofotómetro de absorción atómica y HGA para análisis de absorción atómica sin llama de cadmio de acuerdo al SOP (5.9) o las instrucciones de operación del fabricante y permita que el instrumento se estabilice. El atomizador de horno de grafito está equipado con un tubo de grafito pirolíticamente revestido que contiene una plataforma pirolítica. Para la lámpara de fuente, use una lámpara de cátodo hueco de cadmio o una lámpara de descarga sin electrodo operada según las recomendaciones del fabricante para operación de horno de grafito. El corrector de trasfondo Zeeman y el EDL están recomendados para usarse con la plataforma L'vov. Los parámetros instrumentales para el espectrofotómetro Perkin-Elmer Model 5100 y horno de grafito Zeeman HGA-600 usados en la validación de este método aparecen en el apéndice B.

3.11.2. Optimice la lectura de energía del espectrofotómetro a 228.2 nm ajustando la posición de la lámpara y la longitud de onda de acuerdo a las instrucciones del fabricante.

3.11.3. Ajuste el muestreador automático para inyectar una alícuota de 5 µL de la solución estándar de trabajo, muestra o reagente a la plataforma L'vov junto con un superyacente de 10-µL del modificador de matriz.

3.11.4. Analice el blanco reagente (diluyendo la solución, Sección 3.5.6.), y luego poniendo a cero automáticamente el instrumento antes de empezar el análisis de una serie de pruebas. Se recomienda que el blanco de reagente sea analizado varias veces durante el análisis para asegurar que la lectura de absorbencia integrada (área pico), permanezca en, o cerca de cero.

3.11.5. Analice un estándar de trabajo aproximadamente a medio camino en la porción lineal del alcance del estándar de trabajo dos o tres veces para cotejar para reproducibilidad y sensibilidad (ver

las secciones 1.5.5. y 1.5.6.) antes de empezar el análisis de las muestras. Calcule el valor de masa característico experimental de la lectura de absorbencia integrada promedio y volumen de inyección del estándar de trabajo analizado. Compare este valor al valor sugerido del fabricante como un cotejo de la operación apropiada del instrumento.

3.11.6. Analice el blanco reagente, estándar de trabajo y soluciones de muestra. Registre y etiquete las lecturas de área pico (abs-sec) y los perfiles de pico y pico de trasfondo en el impresor/registrador.

3.11.7. Se recomienda que toda la serie completa de estándares de trabajo sea analizada al comienzo y al final del análisis de una serie de muestras. Establezca una curva de concentración-respuesta y asegúrese de que las lecturas estándar estén de acuerdo entre ellas y sean reproducibles. También analice un estándar de trabajo después de cada cinco o seis muestras para monitorear la ejecución del sistema. Las lecturas de estándar deben estar de acuerdo dentro de $\pm 15\%$ de las lecturas obtenidas al comienzo del análisis.

3.11.8. Compare las lecturas de muestra con estándares durante el análisis. Si la lectura de área pico de una muestra está sobre la lectura de área pico del estándar de trabajo más alta, diluya la muestra con la solución diluyente y reanalice. Use el factor de dilución apropiado en los cálculos.

3.11.9. Repita el análisis de aproximadamente 10% de las muestras para un cotejo de precisión.

3.11.10. Si es posible, analice muestras de control de calidad de una fuente independiente como un cotejo de la recuperación y precisión analíticas.

3.11.11 Registre la posición de regulación final del instrumento al terminar el análisis. Feche y etiquete el resultado.

3.12. Cálculos

Nota: Los estándares usados para análisis HGA están en ng/mL. Las cantidades totales de cadmio de los cálculos estarán en ng (no μg), a menos que se haya hecho la conversión previa.

3.12.1. Corrija para desviaciones y ruidos de línea de base en el análisis AAS de llama restando cada lectura de absorbencia de línea de base de su estándar de trabajo correspondiente o lectura de absorbencia de muestra para obtener la lectura de absorbencia neta para cada estándar o muestra.

3.12.2. Use un programa de regresión de menos cuadrados para registrar una curva de concentración-respuesta de lectura de absorbencia neta (o área pico para análisis HGA), versus concentración ($\mu\text{g/mL}$ o ng/mL) de cadmio en cada estándar de trabajo.

3.12.3. Determine la concentración ($\mu\text{g}/\text{mL}$ o ng/mL) de cadmio en cada muestra de la curva de concentración-respuesta resultante. Si la concentración de cadmio en una solución de muestra es menos de tres veces el límite de detección cuantitativo ($0.04 \mu\text{g}/\text{mL}$ ($40 \text{ng}/\text{mL}$), para la instrumentación usada en la validación del método), y si muestras consecutivas fueron tomadas en un empleado y los resultados de muestra han de ser promediados con otras muestras para determinar un TWA único, reanalice la muestra mediante AAS-HGA según descrito en la sección 3.11. e informe los resultados analíticos AAS-HGA.

3.12.4. Calcule la cantidad total (μg o ng) de cadmio en cada muestra del volumen de solución de muestra (mL):

$$W = (C)(\text{vol. de muestra, mL})(DF)$$

Donde:

W = Cadmio total en la muestra

C = Concentración calculada de cadmio

DF = Factor de dilución (si aplicable)

3.12.5. Haga una corrección de blanco para cada muestra de aire restando la cantidad total de cadmio en la muestra blanco correspondiente de la cantidad total de cadmio en la muestra.

3.12.6. Calcule la concentración de cadmio en una muestra de aire (mg/m^3 o $\mu\text{g}/\text{m}^3$) usando una de las siguientes ecuaciones:

$$\Phi\text{mg}/\text{m}^3 = W_{bc}/(\text{Vol. de aire muestreado, L})$$

$$\text{o } \Phi\text{ng}/\text{m}^3 = (W_{bc}) (1,000 \text{ng}/\text{mg})/(\text{Vol. De aire muestreado, L})$$

Donde:

W_{bc} = blanco corregido μg cadmio total en la muestra. ($1\mu\text{g} = 1,000 \text{ng}$)

4. Datos de trasfondo

4.1. Introducción

4.1.1. El propósito de esta evaluación es determinar la recuperación de método analítico, alcance de estándar de trabajo y límites de detección cualitativos y cuantitativos de las dos técnicas analíticas de absorción atómica incluidas en este método. La evaluación consiste de los siguientes experimentos:

1. Un análisis de 24 muestras (seis muestras cada una a 0.1, 0.5, 1 y 2 veces el TWA-PEL), para el estudio de recuperación de método analítico de la técnica analítica AAS de llama.

2. Un análisis de 18 muestras (seis muestras cada una a 0.5, 1 y 2 veces el Nivel de Acción TWA-PEL), para el estudio de recuperación de método analítico de la técnica analítica AAS-HGA.

3. Análisis múltiples del blanco reagente y una serie de soluciones estándar para determinar el alcance de estándar de trabajo y los límites de detección cualitativo y cuantitativo para ambas técnicas analíticas de absorción atómica.

4.1.2. Los resultados de recuperación de método analítico en todos los niveles de prueba fueron calculados de las curvas de concentración-respuesta y examinados estadísticamente para extrínsecos en el nivel de confiabilidad de 99%. Los posibles extrínsecos fueron determinados usando la prueba Tratamiento de Extrínsecos (5.10.). En adición, los resultados de muestra de las dos técnicas analíticas, a 0.5, 1.0 y 2.0 veces sus concentraciones activadoras, fueron probadas para homogeneidad de variantes también en el nivel de confiabilidad de 99%. La homogeneidad de los coeficientes de variación fue determinada usando la prueba Bartlett's (5.11.). El error

analítico general (OEA), en el nivel de confiabilidad de 95% fue calculado usando la ecuación (5.12.):

$$OAE = \sqrt{[\# \text{ Derivación} \# + (1.96)(CV1\# (\text{agregado})(100\%)]}$$

4.1.3. Se usó una derivación de la ecuación del límite de detección (5.13) de la International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC), para determinar los límites de detección cualitativo y cuantitativo para ambas técnicas analíticas de absorción atómica:

$$C_{ld} = k(sd)/m \text{ (Ecuación 1)}$$

Donde:

C_{ld} = la cantidad detectable confiable más pequeña que un instrumento analítico puede determinar en un límite de confiabilidad dado.

$k = 3$ para el Límite de Detección Cualitativo en el nivel de confiabilidad de 99.86%
 $= 10$ para el límite de Detección Cuantitativo en el nivel de confiabilidad de 99.99%.

sd = desviación estándar de las lecturas de blanco reagente (Rbl).

m = sensibilidad analítica o declive según calculado por la regresión lineal.

4.1.4. Las eficiencias de recolección de emanaciones metálicas y atmósferas de polvo sobre $0.8 \Phi m$ en los filtros de membrana de éster de celulosa mixta están bien documentadas y se ha mostrado que son excelentes (5.11.). Ya que el cadmio elemental y el componente de cadmio en los compuestos de cadmio no son volátiles, no se realizó estudios de estabilidad de muestras MCEF de cadmio con trazadores isotópicos.

4.2. Equipo

4.2.1. Se usó un espectrofotómetro Perkin-Elmer (PE) Model 603 equipado con un sistema de control de gas manual, un nebulizador de acero inoxidable, una cámara de mezclado quemadora, disminuidor de flujo y una cabeza de quemador de 10 cm. (una ranura), en la validación experimental de la técnica analítica de llama ASS. Se usó una lámpara de cátodo hueco de cadmio

PE operada en el ajuste recomendado del fabricante para operación continua (4 mA), como lámpara fuente. Los parámetros de instrumento están listados en el Apéndice A.

4.2.2. Se usó un espectrofotómetro PE Model 5100, un atomizador de horno de grafito Zeeman HGA-600 y un muestreador automático AS-60 HGA en la validación experimental de la técnica analítica AAS-HGA. El espectrofotómetro estaba equipado con una computadora profesional PE series 7700 y un impresor Model PR-310. Se usó una lámpara de descarga sin electrodo de cadmio PE System 2, operada en el ajuste actual recomendado del fabricante para operación modulada (170 mA), como lámpara fuente. Los parámetros de instrumento están listados en el Apéndice B.

4.3 Reagentes

4.3.1 Se usó ácido nítrico concentrado J.T. Baker Chem. Co. (grado analizado), 69.0-71.0%, y ácido hidrociorídrico, 36.5-38.0%, para preparar las muestras y los estándares.

4.3.2. Se usó fosfato de amonio, monobásico, $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_3$ y nitrato de magnesio, $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$, ambos manufacturados por la Mallinckrodt Chem. Co., para preparar el modificador de matriz para el análisis AAS-HGA.

4.4 Preparación estándar para análisis AAS de llama

4.4.1. Diluir las soluciones básicas: Soluciones básicas de cadmio de 0.01, 0.1, 1, 10 y 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ preparadas, haciendo las diluciones en serie apropiadas de una solución básica comercialmente disponible de 1,000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ de cadmio (RICCA Chemical Co., Lote # A102) con la solución diluyente (4% HNO_3 , 0.4% HCL).

4.4.2. Estándares analizados: Los estándares de cadmio preparados en el alcance de 0.001 a 2.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ pipetando de 2 a 10 mL de la solución básica de cadmio diluyente apropiada a un matraz volumétrico de 100-mL y diluyendo a volumen con solución diluyente. (Ver Sección 3.7.2)

4.5 Preparación estándar para análisis AAS-HGA

4.5.1. Soluciones básicas de dilución: Soluciones básicas de estándar de cadmio de 1, 10, 100 y 1,000 ng/mL , haciendo las diluciones en serie apropiadas de solución básica de estándar de cadmio comercialmente disponible de 1,000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ de solución básica estándar de cadmio (J.T. Baker Chemical Co., Intra-analizado, Lote # D22642) con la solución diluyente (4% HNO_3 , 0.4% HCL).

4.5.2. Estándares analizados: Estándares de cadmio preparados en el alcance de 0.1 a 40 ng/mL , pipetando de 2 a 10 mL de la solución básica de cadmio diluida apropiada a un matraz volumétrico de 100-mL y diluyendo a volumen con la solución diluyente. (Ver Sección 3.8.2.)

4.6. Límites de detección y alcance de trabajo estándar para análisis AAS de llama

4.6.1. Analizó la solución blanco reagente y la serie completa de estándares de cadmio en el alcance de 0.001 a 2.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$, de tres a seis veces, de acuerdo a las instrucciones dadas en la Sección 3.10.

La solución diluyente (4% HNO₃, 0.4% HCL) fue usada como el blanco reagente. El tiempo de integración en el espectrofotómetro PE 603 fue ajustado a 3.0 segundos se hizo una expansión cuádruple de la lectura de absorbencia del estándar de cadmio de 2.0 µg/mL antes del análisis. El estándar de 2.0 µg/mL dio una lectura de absorbencia neta de 0.350 unidades de abs. antes de la expansión de acuerdo con las especificaciones del fabricante (5.6).

4.6.2. Las lecturas de absorbencia neta del blanco reagente y los estándares de Cd de baja concentración de 0.001 a 0.1 µg/mL y el análisis estadístico de los resultados se muestran en la Tabla 1. La desviación estándar, sd, de las seis lecturas de absorbencia neta del blanco reagente es 1.05 unidades de abs. El declive, m, según calculado por una gráfica de regresión lineal de absorbencia neta (mostrado en la Tabla II) de los estándares de cadmio de 0.02 a 1.0 µg/mL versus su concentración es 772.7 unidades de abs/(µg/mL).

4.6.3. Si estos valores para sd y el declive, m son usados en la Ecuación 1 (Secc. 4.1.3.), los límites de detección cualitativos y cuantitativos según determinados por el Método IUPAC son:

$C_{1d}=(3)(1.05 \text{ unidades de abs.})/(772.7 \text{ unidades de abs.}/(\mu\text{g/mL}))=0.0041 \mu\text{g/mL}$ para el límite de detección cualitativo.

$C_{1d}=(10)(1.05 \text{ unidades abs.})/(772.7 \text{ unidades abs.}/\mu\text{g/mL})=0.014 \mu\text{g/mL}$ para el límite de detección cuantitativo.

Los límites de detección cualitativo y cuantitativo para la técnica analítica AAS de llama son 0.041 µg y 0.14 y 0.14µg de cadmio, respectivamente, para un volumen de solución de 10 mL. Estos corresponden, respectivamente, a 0.2 µg/m³ y 0.70 µg/m³ para un volumen de aire de 200 L.

4.6.4. El estándar de trabajo de cadmio recomendado para análisis AAS de llama es 0.02 a 2.0 µg/mL. Las lecturas de absorbencia neta del blanco reagente y los alcances de trabajo estándares recomendados y el análisis estadístico de los resultados se muestran en la Tabla II. El estándar de más baja concentración en el alcance de trabajo, 0.02 µg/mL, es ligeramente mayor que el límite de detección cuantitativo, 0.014 µg/mL. El estándar de más alta concentración en el alcance de trabajo, 2.0 µg/mL, está en el extremo superior del alcance de trabajo lineal sugerido por el fabricante (5.6.). Aunque las lecturas de absorbencia neta no son estrictamente lineales en concentraciones sobre 0.5 µg/mL, la desviación de la linealidad es sólo alrededor de 10% en el extremo superior del alcance de trabajo recomendado estándar. La desviación de la linealidad es probablemente causada por la expansión cuádruple de la señal sugerida en el método. Según se muestra en la Tabla II, la precisión de las lecturas de absorbencia neta estándar son excelentes a través del alcance de trabajo recomendado; las desviaciones estándar relativas alcanzan de 0.009 a 0.064.

4.7. Límites de detección y alcance de estándar de trabajo para análisis AAS-HGA

4.7.1. Analizada la solución blanco reagente y la serie entera de estándares de cadmio en el alcance de 0.1 a 40 ng/mL de acuerdo a la instrucción dada en la Sección 3.11. La solución de dilución (4% HNO₃, 0.4% HCL), fue usada como el blanco reagente. Se usó una alícuota fresca del blanco reagente y de cada estándar para cada análisis. El valor de masa característico experimental era 0.41 pg, calculado de la lectura del área pico promedio (abs-sec) del estándar de 5 ng/mL, que está a medio camino entre la porción lineal del alcance de estándar de trabajo. Esto acordó dentro del 20% del valor masa característico, 0.34 pg, listado por el fabricante del instrumento (5.2).

4.7.2. Las lecturas (abs-sec) del área pico del blanco reagente y los estándares de cadmio de baja concentración de 0.1 a 2.0 ng/mL y el análisis estadístico de los resultados se muestran en la Tabla III. Cinco de las lecturas del área pico del blanco reagente fueron cero y la sexta lectura fue 1 y fue un extrínseco. La casi ausencia de una señal blanco no satisface una interpretación estricta del método IUPAC para determinar el límite de detección. Por lo tanto, la desviación estándar de las seis lecturas de área pico del estándar de cadmio de 0.2 ng/mL, se usó 0.75 abs-sec para calcular los límites de detección por el método IUPAC. El declive, m, según calculado por la regresión lineal (mostrado en la Tabla IV), de los estándares de cadmio de 0.2 a 10 ng/mL versus su concentración es 51.5 abs-sec/(ng/mL).

4.7.3. Si se usa 0.75 abs-sec (sd) y 51.5 abs-sec/(ng/mL) (m) en la Ecuación 1 (Sección 4.1.3.), los límites de detección cualitativo y cuantitativo según determinado por el método IUPAC son:

$C_{ld}=(3)(0.75 \text{ abs-sec})/(51.5 \text{ abs-sec}/(\text{ng/mL}))=0.004 \text{ ng/mL}$ para el límite de detección cualitativo.
 $C_{ld}=(10)(0.75 \text{ abs-sec})/(51.5 \text{ abs-sec}/(\text{ng/mL}))=0.15 \text{ ng/mL}$ para el límite de detección cuantitativo.

Los límites de detección cualitativo y cuantitativo para la técnica de análisis AAS-HGA son 0.44 ng y 1.5 ng cadmio, respectivamente, para un volumen de solución de 10 mL. Estos corresponden, respectivamente, a 0.007 µg/m³ y 0.025 µg/m³ para un volumen de aire de 60 L.

4.7.4. Las lecturas de área pico (abs-sec) de los estándares de Cd de 0.2 a 40 ng/mL y el análisis estadístico de los resultados están dados en la Tabla IV. El alcance de trabajo de estándar para el análisis AAS-HGA es 0.2 a 20 ng/mL. El estándar de más baja concentración en el alcance de trabajo recomendado es ligeramente mayor que el límite de detección cuantitativo calculado, 0.15 ng/mL. La desviación de la linealidad de las lecturas de área pico del estándar de 20 ng/mL, el estándar de más alta concentración en el alcance de trabajo recomendado, es aproximadamente 10%. Según se muestra en la Tabla IV, la precisión de las lecturas de las áreas pico son satisfactorias a través del alcance de trabajo recomendado; las desviaciones estándar relativas del alcance de lecturas de 0.025 a 0.083.

4.8 Recuperación de método analítico por análisis AAS de llama.

4.8.1. Se preparó cuatro series de muestras con trazador isotópico MCEF preparadas inyectando 20 µL de 10, 50, 100 y 200 µg/mL de soluciones básicas de cadmio diluídas en filtros de 37 mm de

diámetro (parte no. AAWP 037 00, Millipore Corp., Bedford, (MA) con una micropipeta calibrada. Las soluciones de básicas diluídas fueron preparadas haciendo las diluciones en serie apropiadas de una solución básica de cadmio de 1,000 $\mu\text{g/mL}$ comercialmente disponible (RICCA Chemical Co., Lote # A102) con la solución diluyente (0.4% HNO_3 , 0.4% HCl). Cada serie contenía seis muestras y un blanco de muestra. La cantidad de cadmio en las series preparadas fue equivalente a 0.1, 0.5, 1.0 y 2.0 veces el TWA PEL concentración de ataque de $5 \mu\text{g/m}^3$ para un volumen de aire de 400 L.

4.8.2. Los filtros con trazador isotópico secados con aire fueron digeridos y analizados para su contenido de cadmio mediante espectroscopía de absorción atómica (AAS) siguiendo el procedimiento descrito en la Sección 3. Los estándares de cadmio de 0.02 a 2.0 $\mu\text{g/mL}$ (el alcance de trabajo sugerido), fueron usados en el análisis de los filtros con trazador isotópico.

4.8.3. Los resultados del análisis están dados en la Tabla V. Un resultado a 0.5 veces la concentración de ataque TWA PEL fue un extrínseco y fue excluído del análisis estadístico. La justificación experimental para rechazarlo es que el valor extrínseco probablemente fue debido a un error de trazador isotópico. Los coeficientes de variación para los tres niveles de prueba a 0.5 a 2.0 veces la concentración de activación TWA PEL pasaron la prueba de Bartlett y fueron agregados.

4.8.4. La recuperación promedio de las seis muestras de filtro con trazador isotópico a 1.0 veces la concentración de activación TWA PEL fue 118.2% con una variación de coeficiente (CV_1) de 0.128. La recuperación promedio de las muestras de filtros de aire en el alcance de 0.5 a 2.0 veces la concentración de activación TWA fue 104.0% con un coeficiente agregado de variación (CV_1) de 0.010. Consecuentemente, la tendencia analítica hallada en estos resultados de prueba con trazador isotópico sobre el alcance de concentración probado fue +4.0% y el OAE fue ∇ 6.0%.

4.9. Recuperación de método analítico para análisis AAS - HGA

4.9.1. Se preparó tres serie de muestras MCEF con trazador isotópico preparadas inyectando 15 $\mu\text{g L}$ de 5, 10, y 20 $\mu\text{g/mL}$ de soluciones básicas de cadmio diluidas en filtros de 37 mm de diámetro (parte no. AAWP 037 00 , Millipore Corp., Bedford, MA), con una micropipeta calibrada. Las soluciones básicas diluidas fueron preparadas haciendo diluciones apropiadas en serie de una solución básica de 1,000 $\mu\text{g/mL}$ estándar de cadmio certificada comercialmente disponible (Fisher Chemical Co., Lote # 913438-24), con la solución diluyente (4% HNO_3 , 0.4% HCl). Cada serie contenía seis muestras y un blanco de muestra. La cantidad de cadmio en las series preparadas fue equivalente a 0.5, 1 y 2 veces la concentración de ataque del Nivel de Acción TWA de $2.5 \mu\text{g/m}^3$ para un volumen de aire de 60 L.

4.9.2. Los filtros con trazador isotópico secados con aire fueron digeridos y analizados para su contenido de cadmio mediante espectroscopía de absorción atómica sin llama usando un atomizador de horno de grafito calentado siguiendo el procedimiento descrito en la Sección 3. Se hizo una dilución quíntuple de las muestras de filtro con trazador isotópico a dos veces el Nivel de Acción TWA antes del análisis. Los estándares de cadmio de 0.05 a 20 ng/mL fueron usados en el análisis

de los filtros con trazador isotópico.

4.9.3. Los resultados del análisis están dados en la Tabla IV. No hubo extrínsecos. Los coeficientes de variación para los tres niveles de prueba de 0.5, a 2.0 veces el Nivel de Acción TWA PEL pasaron la prueba Bartlett y fueron agregados. La recuperación promedio de las muestras de filtro con trazador isotópico fue 94.2% con un coeficiente agregado de variación (CV_1) de 0.043. Consecuentemente, la tendencia analítica fue -5.8% y el OAE fue ∇ 14.2%.

4.10 Conclusiones

Los experimentos realizados en esta evaluación muestran que las dos técnicas de absorción atómica incluídas en este método son precisas y exactas y tienen suficiente sensibilidad para medir cadmio aerosuspendido sobre un amplio alcance de niveles de exposición y períodos de muestreo.

5. Referencias

5.1. Salvin, W. Graphite Furnace AASCA Source Book; Perkin-Elmer Corp., Spectroscopy Div.: Ridgefield, CT, 1984; p. 18 and pp. 83-90.

5.2. Grosser, Z., Ed.: Techniques in Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrophotometry; Perkin-Elmer Corp., Spectroscopy Div.: Ridgefield, CT, 1985.

5.3 Occupation Safety and Health Administration Salt Lake Technical Center: Metal and Metalloid Particulate in Workplace Atmospheres (Atomic Absorption) (USDOL/OSHA Method No. ID-121). In OSHA Analytical Methods Manual 2nd ed. Cincinnati, OH: American Conference of Governmental Industrial Hygienists, 1991.

5.4. Occupational Safety and Health Administration Salt Lake Technical Center: Metal an Metalloid Particulate in Workplace Atmospheres (ICP) (USDOL/OSHA Method No. ID-125G). In OSHA Analytical Methods Manual 2nd ed. Cincinnati, OH: American Conference of Governmental Industria Hygienists, 1991.

5.5. Windholz, M., Ed.; The Merck Index, 10th ed.; Merck & Co.: Rahway, NJ. 1983.

5.6. Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrophotometry, The Perkin-Elmer Corporation: Norwalk, CT, 1982.

5.7. Slavin, W., D.C. Manning, G. Carnrick, and E. Pruszkowska: Properties of the Cadmium Determination with the Platform Furnace and Zeeman Background Correction. Spectrochim. Acta 38B:1157-1170 (1983).

5.8. Occupational Safety and Health Administration Salt Lake Technical Center: Standard Operating Procedure for Atomic Absorption, Salt Lake City, UT: USDOL/OSHA-SLTC, In progress.

5.9. Occupational Safety and Health Administration Salt Lake Technical Center: AAS - HGA Standard Operating Procedure. Salt Lake City, UT: USDOL/OSHA-SLCT, In progress.

5.10. Mandel, J.: Accuracy and Precision, Evaluation and Interpretation of Analytical Results. The Treatment of Outliers. In Treatise On Analytical Chemistry, 2nd ed., Vol. 1, edited by I.M. Kolthoff and P. J. Elving. New York: John Wiley and Sons, 1978. Pp. 282-285.

5.11. National Institute for Occupational Safety and Health: Documentation of the NIOSH Validation Tests by D. Taylor, R. Kupel, and J. Bryant (DHEW/NIOSH Pub. No. 77-185). Cincinnati, OH: National Institute for Occupational Safety and Health, 1977.

5.12. Occupational Safety and Health Administration Analytical Laboratory: Precision and Accuracy Data Protocol for Laboratory Validations. In OSHA Analytical Methods Manual 1st ed. Cincinnati, OH: American Conference of Governmental Industrial Hygienist (Pub. No. ISBN:0-936712-66-x), 1985.

5.13. Long, G.I., and J.D. Winefordner: Limit of Detection A Closer Look at the IUPAC Definition. Anal. Chem. 55:712A-724A (1983).

5.14. American Conference of Governmental Industrial Hygienists; Documentation of Threshold Limit Values and Biological Exposure Indices, 5th ed. Cincinnati, OH: American Conference of Governmental Industrial Hygienists, 1986.

**TABLA I. ESTUDIO DE DETECCIÓN LÍMITE Cd
[Análisis de llama AAS]**

STD (Φg/mL)	Lectura de absorbencia 228.8 nm		Análisis estadístico
Blanco reactor.....	5	2	n=6. Media=3.50. desviación est. =1.05.
0.001.....	4	3	
	4	3	
	6	6	N=6. Media=5.00. desviación est. =1.67.
0.002.....	2	4	
	6	6	
	5	7	n=6. Media=5.50. desviación est. =1.76. CV=0.320.
	7	3	
	7	4	
0.005.....	7	7	n=6.

STD (Φ g/mL)	Lectura de absorvencia 228.8 nm	Análisis estadístico
0.010.....	8 8	Media=7.33.
	8 6	desviación est.=0.817.
0.020.....	10 9	CV=0.111.
	10 13	n=6.
	10 10	Meda=10.3.
	10 10	desviación est.=1.37.
0.050.....	20 23	CV=0.133.
	20 22	n=6.
	20 20	Media=20.8
	20 20	desviación est.=1.33.
0.10.....	42 42	CV=0.064.
	42 42	n=6.
	42 42	Media=42.5.
	42 45	desviación est.=1.22.
	42 45	CV=0.029.
0.10.....	84	n=3.
	80	Media=82.3
	83	desviación est.=2.08.
	83	CV=0.025.

**TABLA II.CESTUDIO DEL ALCANCE DE TRABAJO DE ESTÁNDAR Cd
[Análisis de llama AAS]**

STD (Φ g/mL)	Lectura de absorvencia 228.8 nm	Análisis estadístico
Blanco reactivo.....	5 2	n=6.
	4 3	media=3.50.
	4 3	desviación est.=1.05.
0.020.....	4 3	CV=0.30
	20 23	n=6.
	20 22	media=20.8.
	20 20	desviación est.=1.33.
0.050.....	20 20	CV=0.064.
	42 42	n=6.
	42 42	media=42.5.
	42 45	desviación est.-1.22.
0.10.....	42 45	CV=0.029.
	84	n=3.
	80	media=82.3.
	83	desviación est.=2.08.
0.20.....	83	CV=0.025.
	161	n=3.
	161	media=160.0.
0.50.....	158	desviación est.=1.73.
	391	CV=0.011.
	391	

STD (Φ g/mL)	Lectura de absorvencia 228.8 nm	Análisis estadístico
1.00.....	389 393 760 748 752	n=3. media=391.0. desviación est.=2.00. CV=0.005. n=3. media=753.3. desviación est.=6.11.
2.00.....	1416 1426 1401	CV=0.008. n=3. media=1414.3. desviación est.=12.6. CV=0.009.

**TABLA III.cESTUDIO DE DETECCIÓNN LÍMITE DE Cd
[Análisis AAS-HGA]**

STD (ng/mL)	Lectura pico de área H10 ³ en 228.8 nm	Análisis estadístico
Reagent blank.....	0 0 0 1 0 0	n=6. media=0.167. desviación est.=1.41. CV=2.45
0.1.....	8 6 5 7 13 7	n=6. media=7.7. desviación est.=2.8. CV=0.366.
0.2.....	11 13 11 12 12 12	n=6. media=11.8. desviación est.=0.75. CV=0.064.
0.5.....	28 33 26 28 28 30	n=6. media=28.8. desviación est.=2.4. CV=0.083.
1.0.....	52 55 56 58 54 54	n=6. media=54.8. desviación est.=2.0. CV=0.037.
2.0.....	101 112 110 110 110 110	n=6. media=108.8. desviación est.=3.9. CV=0.036.

**TABLA IV. ESTUDIO DE ALCANCE DE TRABAJO ESTÁNDAR DE Cd
[Análisis AAS-HGA]**

STD (ng/mL)	Lectura pico de área H10 ³ en 228.8 nm	Análisis estadístico
0.2.....	11 13 11 12 12 12	n=6. media=11.87. std dev=0.75. CV=0.0064.
0.5.....	28 33 26 28 28 30	n=6. media=28.8. desviación est.=2.4. CV=0.083.
1.0.....	52 55 56 58 54 54	n=6. media=54.8. desviación est.=2.0. CV=0.037.
2.0.....	101 112 110 110 110 110	n=6. mean=108.8. desviación est.=3.9. CV=0.036.
5.0.....	247 265 268 279 259 279	n=6. media=265.5. desviación est.=11.5. CV=0.044.
10.0.....	495 520 523 513 516 533	n=6. media=516.7. desviación est.=12.7. CV=0.025.
20.0.....	950 953 951 958 949 890	n=6. media=941.8. desviación est.=25.6 CV=0.027.
30.0.....	1269 1291 1303 1307 1295 1290	n=6. mean=1293. desviación est.=13.3. CV=0.010.
40.0.....	1505 1567 1535 1567 1566 1572	n=6. media=1552. desviación est.=26.6. CV=0.017.