



DETERMINACION DE ÁCIDO FÓRMICO EN AIRE. METODO DE ADSORCION EN CARBON/ CROMATOGRAFIA IÓNICA

Nombre del agente:	Acido fórmico	Formula química:	HCOOH
Nº CAS:	64-18-6	Valores de referencia:	De acuerdo con el D.S. 594 ▪ ácido fórmico: LPP: 7,5 mg/m ³ . LPT: 19 mg/m ³
Sinónimos:	Acido formílico, ácido carboxílico de hidrógeno, ácido metanoico		

Condiciones de muestreo: (asociadas a la validez del método referenciados).

La muestra de aire es pasada y recolectada en un tubo de carbón de coco utilizando un volumen de muestreo de 48 litros y un caudal de 0,2 l/min. Debe asegurarse la calidad del muestreo rompiendo los extremos de un tubo de carbón de coco en terreno, este tubo será el testigo reactivo o blanco. Una vez tomadas las muestras deberán ser guardadas bajo cadena de frío hasta su llegada al laboratorio.

Cabezal de muestreo:	Tubos colectores con carbón de coco de dos secciones, la anterior conteniendo 400 y la posterior conteniendo 200 mg.
Flujo:	0,2 litros/minuto
Volumen máximo:	48 litros de aire
Condiciones de conservación y transporte del cabezal o muestra:	Los tubos para análisis de ácido fórmico deben ser refrigerados inmediatamente o puestos en hielo y enviados al laboratorio en un plazo no superior a 48 horas. El análisis de las muestras se debe realizar en un lapso no superior a 5 días de recibidos en el laboratorio, nunca se debe perder la refrigeración.
Nº de blancos:	Se debe incluir un blanco por cada lote de 20 muestras tomadas en el mismo lugar.

Parámetros de validación estimados

Rango lineal	2 a 50 µg/mL
Límite de cuantificación	12,6 µg/ml para ácido fórmico
Recuperación	Sobre el 90 % para todo el rango de trabajo

Reactivos.

1. Hidróxido de sodio p.a. bajo en carbonato
2. Estándar de formiato para cromatografía iónica



DETERMINACION DE ÁCIDO FÓRMICO EN AIRE. METODO DE ADSORCION EN CARBON/ CROMATOGRAFIA IÓNICA

Equipos.

Cromatógrafo iónico con detector de conductividad.

Condiciones de ensayo

Realice una curva de calibrado en el rango de 2 - 10 - 20 - 40 - 50 $\mu\text{g/mL}$ en NaOH 2 mM.

Transfiera las secciones por separado a viales de 20 ml.

Adicione a cada vial 10 ml de NaOH 2 mM para desorber los analitos.

Filtre la solución resultante e inyecte a un cromatógrafo iónico.

Técnica analítica:	Cromatografía iónica.
Pre-tratamiento:	Desorción con NaOH 2 mM
Condiciones analíticas:	Cromatógrafo iónico Detector conductimétrico Columna: Dionex AS11-HC 4 x 200 Precolumna: Dionex AG11-HC. 4 x 50 Supresor: Micromembrana ASRS Ultra II Volumen de inyección: 50 μL Eluyente: 2mM de KOH Flujo: 1,0 mL/min Tr formiato: 8,2 min

Preparación de la muestra.

1. Transferir en forma separada las secciones, sección anterior y posterior del tubo, a viales de 20 ml. No analizar la espuma que separa las dos secciones.
2. Si se han colectado 10 L o más de aire, agregar 10 ml de solución de desorción (2 mM NaOH) por tubo y tapar en forma hermética. Si la colección es de un volumen menor a 10 L, usar 5 ml para desorber el ácido del carbón.
3. Dejar desorber las muestras por una noche en los viales o sonicar por 10 min.
4. Filtrar las muestras usando jeringas con filtros de PTFE de 0,45 μm .
5. Analizar las muestras por Cl, inyectando 1 ml de muestra con una jeringa de 1 ml con el propósito de ambientar el inyector (loop de 50 μl).

Determinación analítica (indicaciones básicas)

Curva de calibración: 2 - 10 - 20 - 40 - 50 $\mu\text{g/mL}$ de formiato



DETERMINACION DE ÁCIDO FÓRMICO EN AIRE. METODO DE ADSORCION EN CARBON/ CROMATOGRAFIA IÓNICA

Controles:

1. El nivel de ácido fórmico en la segunda sección del tubo de muestreo no debe superar el 25 % de la primera sección. Si es así se considera saturada la muestra y la lectura subestimarán los niveles reales presentes en el lugar muestreado.
2. Calcular el coeficiente de desorción utilizando los datos de la curva de calibrado versus los datos de los tubos fortificados. El coeficiente de desorción no debe ser inferior al 75 %.

Descripción del análisis:

El ácido fórmico en aire se adsorben en una matriz de carbón forzando el paso de un volumen conocido de aire por un tubo de absorción, mediante una bomba. En el laboratorio, el ácido absorbido se extrae con una solución de hidróxido de sodio 0,2 mM y es analizado por cromatografía iónica utilizando una columna separadora de aniones.

Cálculos

Concentración del analito:

$$\text{mg/m}^3 = \frac{(\mu\text{g calculados}) \cdot (\text{vol muestra (ml)}) \cdot (\text{FG}) \cdot (\text{FD})}{(\text{vol aire muestra (L)}) \cdot 1000}$$

FG: Factor gravimétrico = 1,02 para ácido fórmico.

FD : Factor de dilución.

Bibliografía

1. Occupational Safety and Health Administration (OSHA) Method ID-186SG.
2. Normas legales aplicables a la Salud Ocupacional. D.S. N°594, de 1999. "Reglamento sobre condiciones sanitarias y ambientales básicas en los lugares de trabajo".

Participantes

1. Laboratorio de toxicología ocupacional.
2. Sección de riesgos químicos.

Comentarios

La validación del método fue realizada utilizando tubos colectores con carbón de coco (SKC Cat. No. 226-09) y un cromatógrafo iónico marca Dionex ICS 3000.



**DETERMINACION DE ÁCIDO FÓRMICO EN AIRE.
METODO DE ADSORCION EN CARBON/ CROMATOGRAFIA IÓNICA**