

Orden de 10 de agosto de 1976, por la que se establecen las normas técnicas para el análisis y valoración de los contaminantes de naturaleza química presentes en la atmósfera.

BOE 5 Noviembre

Artículo 1

La determinación de los niveles de inmisión, a los que se refiere el Decreto 833/1975, de 6 de febrero, se ajustará a las normas técnicas que se establecen en los anexos adjuntos a esta orden.

Los aspectos meteorológicos que estas normas técnicas comportan se atenderán a las prescripciones que al respecto corresponde señalar a la Comisión Nacional de Meteorología y Metrotecnica

Artículo 2

De acuerdo con la experiencia que se vaya adquiriendo y según lo aconsejan las circunstancias, la Dirección General de Sanidad podrá, mediante Resolución motivada en cada caso, introducir las modificaciones necesarias en los anexos adjuntos, dando conocimiento de las mismas a la Comisión Interministerial del Medio Ambiente.

Artículo 3

La presente Orden entrará en vigor en el mismo día de su publicación en el «Boletín Oficial del Estado».

ANEXO I DEFINICIONES

1. Métodos de análisis. Son los procedimientos analíticos que permiten determinar cualitativa y cuantitativamente la presencia en el aire de uno o más contaminantes.

2. Métodos de medición. Son aquellos procedimientos que permiten evaluar la concentración de un determinado contaminante atmosférico.

3. Sistemas de medición. Es el conjunto de elementos técnicos que utilizan de forma coordinada los procedimientos descritos en los «métodos de medición» con el fin de evaluar la contaminación existente en un área determinada.

4. Equipos de medición. El conjunto de dispositivos instrumentales necesarios para medir la concentración de un contaminante en una determinada localización.

5. Técnica patrón. Método de análisis y medición concreto para cada contaminante, y sirve de referencia y contraste para otras técnicas aplicables.

6. Sistemas para la captación y posterior determinación en el laboratorio. Son aquellos procedimientos que sirven para obtener muestras representativas de cada contaminante, y de forma tal que su composición no experimente variación significativa en ningún instante anterior a su análisis.

7. Reducción a condiciones normales. El volumen de una muestra de aire, a los efectos de esta Orden, queda establecido como el resultado de aplicar la siguiente expresión:

ANEXO II PROCEDIMIENTO DE TOMA DE MUESTRAS GASEOSAS

1. Captador de pequeño volumen

1.1. Descripción de los elementos. El sistema de toma de muestras que se describe a continuación se utilizará tanto para la recogida de partículas suspendidas en el aire como para las muestras de gases, pudiéndose emplear al mismo tiempo para ambos.

Consiste en un equipo formado por los siguientes elementos:

- **a)** Filtro para la retención de partículas.
- **b)** Barboteador para recoger la muestra de gases.
- **c)** Contador de gas.
- **d)** Bomba aspirante.

Las características de cada uno de estos elementos son las siguientes:

- Filtro para la retención de partículas.

Como superficie filtrante se podrán utilizar diferentes clases de filtros de papel, fibra de vidrio, etc. , según se detalla en la descripción de cada técnica patrón o método de medición. Estas superficies filtrantes se colocan en un soporte especial a la entrada del aire captado.

El soporte estará constituido por dos valvas metálicas o de material

plástico, con un conducto para la entrada de aire aspirado, en medio de las cuales se coloca el filtro que después se cierra herméticamente por cualquier sistema de fijación.

El diámetro de la superficie útil del filtro debe ser normalizado cuando se trate del método reflectométrico del «humo standar internacional», no siendo necesario este requisito en aquellos métodos en que se interpone para una simple retención de partículas.

- Barboteador.

Como recipiente para la recogida de contaminantes gaseosos se utilizará un frasco lavador de gases tipo Dreschsel, de vidrio resistente, incoloro (borosilicato), cuya capacidad dependerá del contaminante que se desee determinar y del método que se vaya a utilizar para el análisis.

- Contador de gas.

Para conocer el volumen de aire muestreado y referir al mismo los resultados obtenidos en los análisis se utilizará un pequeño contador seco que pueda medir un flujo de aire de uno y medio a tres litros por minuto, con un error de ± 3 por 100, la escala de lectura será tal que permita leer con facilidad volúmenes de un litro de aire como mínimo.

- Bomba aspirante.

Se utilizará una bomba de membrana, movida por un motor eléctrico de potencia adecuada capaz de aspirar de dos a cuatro metros cúbicos en veinticuatro horas. El equipo eléctrico se ajustará a lo dispuesto en el Reglamento Electrónico de Baja Tensión.

1.2. Descripción de la instalación. Los distintos elementos del equipo deben conectarse mediante tubos de vidrio o de material plástico inerte y preferiblemente de ocho milímetros de diámetro interior, en el mismo orden en que se han descrito anteriormente.

Para comunicar el conjunto con el exterior deberá conectarse un tubo de material plástico en la entrada del portafiltros. En el extremo opuesto se colocará un embudo de un diámetro comprendido entre tres y cinco centímetros. La longitud total de este tubo no será mayor de seis metros ni tendrá curvaturas con un radio inferior a cinco centímetros. En todo caso, la captación de aire para la toma de muestras deberá reunir las siguientes condiciones:

- **a)** El eje del embudo de toma de aire deberá ocupar posición vertical con el vástago hacia arriba.
- **b)** Desde el suelo a la entrada del aire debe haber una distancia vertical mínima de tres metros.
- **c)** La distancia horizontal entre cualquier parámetro vertical y la entrada de aire no será menor de 0,50 metros.

1.3. Procedimiento de utilización. Para cada contaminante específico se introducirá en el portafolios la superficie filtrante que le corresponda, y en el barboteador la solución captadora adecuada. En ese momento se anotará la lectura del contador y a continuación se pondrá en funcionamiento la bomba. Una vez transcurrido el período de toma de muestra se parará la bomba procediendo a una nueva lectura del contador. La diferencia de lecturas determinará el volumen del aire captado, el cual será reducido a condiciones normales.

A continuación se desmontarán el filtro y el barboteador para su traslado al laboratorio de análisis.

2. Captador de alto volumen, dotado de gasómetro ...

3. Captador de alto volumen, en medición por caudalímetro ...

4. Equipo captador del polvo sedimentable

4.1. Descripción del equipo. Equipo colector cuyo conjunto está dibujado en la figura número 1 y formado por:

- **a)** Soporte.
- **b)** Depósito colector.
- **c)** Frascos colectores.
- **d)** Conexión.
- Soporte.

Es un trípode con una plataforma inferior para sostener el frasco y un ensanchamiento superior para alojamiento del embudo colector. Las dimensiones están indicadas en las figuras adjuntas. Este soporte está fabricado de acero inoxidable o un material resistente a la corrosión.

Protegiendo el embudo lleva un enrejado metálico o de plástico de 25 milímetros de malla para evitar que penetren en él hojas y materiales extraños a los que se desea determinar.

- Depósito colector.

De vidrio o de un material inatacable (acero inoxidable, plástico sin acumulación electrostática) cuyas dimensiones se expresan en la figura 2.

El depósito llevará un número de identificación y a la vez un factor que multiplicado por el peso total del residuo obtenido en miligramos, representa directamente el valor de la materia sedimentable expresada en miligramos por metro cuadrado.

siendo D = el valor medio del diámetro del depósito, resultante de realizar doce medidas de éste en distintos puntos de su circunferencia interior.

- Frascos colectores (figura 4).

Son frascos de vidrio neutro de una materia plástica idónea: de 10 a 20 litros de capacidad según la pluviometría, y dimensiones captadas al conjunto del soporte y capacidad del frasco.

Conexión del embudo al frasco que está formada por un tubo de goma o plástico de diámetro apropiado, que en su extremo inferior inserta una tapa de material inatacable a modo de pequeño embudo invertido para impedir la penetración del polvo líquido que no proceda de la captación del aparato.

La tubuladura de esta capa se prolongará de modo que penetre en el cuello del frasco, como se indica en la figura.

4.2. Emplazamiento. Este equipo colector se colocará en un espacio abierto alejado de muros verticales, edificios, árboles, etc., que puedan interferir la determinación. Como criterio de alejamiento se puede considerar la distancia doble de la altura del objeto que interfiere.

El equipo colector deberá sujetarse al suelo por un medio asequible que evite su caída por el viento. También deberá estar alejado, dentro de lo posible, del alcance de personas o medios que puedan dañar el aparato.

4.3. Período de toma de muestra. El período de tiempo de recogida de la muestra es habitualmente de un mes natural, debiéndose hacer la sustitución del frasco colector el día primero de cada mes. Si existiese algún cambio deberá hacerse constar indicando la variación de la fecha.

ANEXO III PROCEDIMIENTO PARA DETERMINAR EL NIVEL DE INMISIÓN DE LOS ÓXIDOS DE AZUFRE

...

ANEXO IV PROCEDIMIENTO PARA DETERMINAR EL NIVEL DE INMISIÓN DE PARTÍCULAS EN SUSPENSIÓN

...

ANEXO V PROCEDIMIENTO PARA DETERMINAR EL NIVEL DE INMISIÓN DE PARTÍCULAS SEDIMENTABLES

1. Técnica patrón Se establece como tal, la que utiliza un equipo colector, de forma y dimensiones concretas, para la normalización de las medidas, como queda descrito en el anexo número 2, apartado número 4.

1.1. Fundamento del método. El método consiste en recoger y determinar gravimétricamente las partículas existentes en el aire que son depositadas por gravedad o arrastradas por la lluvia.

1.2. Recogida de la muestra. Para la recogida de la muestra deben arrastrarse las partículas adheridas en el depósito hacia el frasco colector, mediante una varilla u otro objeto apropiado, auxiliándose por el lavado con agua destilada (aproximadamente 500 mililitros).

A continuación se retira el frasco colector con el líquido y se sustituye por otro.

El frasco con el líquido recogido se traslada al laboratorio.

Nota. Antes de colocar el frasco limpio para la recogida de partículas, se le añaden 10 mililitros de solución 0,02 N de sulfato de cobre (2,5 gramos de sulfato de cobre cristalizado por litro) para prevenir la proliferación de algas y hongos que afectarían a la determinación.

1.3. Valoración. Una vez el frasco en el laboratorio, se deben separar las partículas groseras por una tela metálica y después filtrar. Ambas operaciones pueden simultanearse en una sola, utilizando un tamiz de 20 mallas y filtrando por un papel un filtro de cenizas conocidas, previamente tarado. Las partículas que existan en el frasco se arrastrarán lavando con agua destilada.

Se homogeneiza el líquido filtrando y se mide el volumen total.

El filtro se seca a 100 °C con estufa y se pesa. La diferencia de peso indica el residuo insoluble total. Una parte alícuota del líquido filtrado se evapora a sequedad en baño maría en cápsula previamente tarada. El residuo seco a 100° C se pesa y se refiere al volumen total del líquido, con lo que se obtiene el residuo soluble total.

La suma de los resultados anteriores representa el residuo total (descontando el peso del sulfato de cobre añadido).

1.4. Cálculos. Conocidos el peso del residuo total P, expresado en miligramos, el factor F del embudo colector, y el número de día d, que el aparato ha estado tomando la muestra, se obtiene el valor ponderal de las partículas sedimentables PS, expresado en miligramos por metro cuadrado y día, mediante la siguiente fórmula:

2. Serán válidas para la Red Nacional las determinaciones realizadas por otros sistemas de medición, cuando hechas las oportunas correcciones sea posible lograr mediciones cuya diferencia con las obtenidas por la técnica patrón queden comprendidas en el intervalo del 10 por 100, en más o menos, de esta última.

ANEXO VI

PROCEDIMIENTO PARA DETERMINAR EL NIVEL DE INMISIÓN DE LOS VALORES AMONIACALES

1. Técnica patrón: Se establece como tal la denominación del «fenolato sódico», que responde a la siguiente descripción:

- **1.1.** Fundamento del método.

Se hace pasar el aire a través de una solución de ácido sulfúrico, donde queda retenido el amoníaco en forma de sulfato amónico. Esta solución se valora por reacción del ión amónico con fenolato sódico e hipoclorito sódico, dando una coloración azul que se mide por colorimetría.

- **1.2.** Toma de muestra.

La toma de muestra se realiza siguiendo las normas descritas en el método general (anexo número 2, apartado número 1).

Como filtro se utilizará papel Whatman número 1.

El barboteador tendrá 150 mililitros de capacidad y un diámetro aproximado de cinco centímetros. En él se pondrán 100 mililitros de la solución captadora que se describe más adelante.

El período de toma de muestra será de 24 horas, procurando cambiar el barboteador todos los días a la misma hora, si se desea un estudio continuo.

- **1.3.** Instrumentos y material de laboratorio.
 - **1)** Un espectrofotómetro para medir longitudes de onda de 626 n. m. (puede sustituirse por un fotocolorímetro de suficiente sensibilidad).
 - **2)** Un baño de agua regulable entre 50 y 60 °C.
 - **3)** Cubetas de vidrio para el espectrofotómetro, de veinte milímetros de paso de luz.
 - **4)** Matraces erlenmeyer o tubos de ensayo con tapón esmerilado de 25 mililitros de capacidad.
 - **5)** Pipetas aforadas de 10 mililitros.
 - **6)** Pipetas aforadas de 5 mililitros, graduadas en décimas.
 - **7)** Matraces aforados de 1.000 mililitros y 100 mililitros.
 - **8)** Material de vidrio de uso habitual en el laboratorio.
- **1.4.** Reactivos químicos. Acido sulfúrico de P. e. = 1,84 (R. A.).

Sulfato amónico (R. A.).

Hidróxido sódico (R. A.).

Fenol cristalizado (R. A.).

Hipoclorito sódico, riqueza aproximada del 5 al 10 por 100 del cloro activo (R. A.).
- **1.5.** Soluciones de reactivos.
 - **1)** Solución captadora.

Se toman 1,4 mililitros de ácido sulfúrico de P.e. = 1,84, y se diluyen con agua destilada hasta 1.000 mililitros en matraz aforado.
 - **2)** Solución patrón (concentrada).

Se disuelven 3,8793 gramos de sulfato amónico anhidro en agua destilada en un matraz aforado de 1.000 mililitros y se

completa hasta el enrase, (Esta solución contiene un miligramo de amoníaco por mililitro.)

- **3)** Solución patrón (solución de trabajo).

Se toman 10 mililitros de la solución patrón concertada (solución 2) y se diluye a 1.000 mililitros con agua destilada en matraz aforado. (Esta solución contiene diez microgramos de amoníaco por mililitro).

- **4)** Solución de hidróxido sódico al 20 por 100.

Disolver 80 gramos de hidróxido sódico en 400 mililitros de agua destilada y dejar enfriar.

- **5)** Solución de fenolato sódico.

Se pesan 83 gramos de fenol cristalizado y se disuelven en 100 mililitros de agua destilada. A esta disolución se añaden 180 mililitros de la solución de hidróxido sódico al 20 por 100 (4) y se completa hasta 1.000 mililitros en matraz aforado con agua destilada.

- **6)** Solución de hipoclorito sódico.

La solución de hipoclorito sódico (R. A.) adquirida en el comercio se filtra por lana de vidrio y se valora por yodometría. Según la riqueza en cloro activo se diluye lo necesario para preparar una solución que contenga 1,5 por 100 de cloro activo.

- **1.6.** Procedimiento para la determinación.

Trasvasar la muestra a un matraz aforado de 100 mililitros, lavando el barboteador dos veces con poca agua destilada y enrasar a 100 mililitros.

Se toman 10 mililitros de la muestra y se ponen en el matraz o tubo de ensayo de 25 mililitros, se añaden 3,5 mililitros de la solución de fenolato sódico (5) y 2,4 de la solución de hipoclorito sódico (6). Mezclar y calentar en baño de agua a 52° C durante media hora.

Transcurrido ese tiempo, se deja enfriar y se mantiene durante media hora a la temperatura ambiente.

Al mismo tiempo se prepara una prueba en blanco que contiene 10

mililitros de solución captadora. Juntamente al blanco se preparan las soluciones patrones según la siguiente pauta:

Se toman 5, 10, 20 y 30 mililitros de la solución patrón de trabajo (3) y se diluyen en solución captadora (1) hasta 100 mililitros en matraces aforados. (Cada uno de ellos corresponde a concentraciones de 0,5; 1,0; 2,0 y 3,0 microgramos de amoníaco por mililitro, respectivamente.)

De cada una de estas soluciones patrones se toman 10 mililitros y se sigue el mismo método operatorio que con la muestra.

Las muestras, prueba en blanco y soluciones patrón deben estar a igual temperatura antes de hacer la lectura espectrofotométrica, como ya se dijo anteriormente.

Se hace la lectura espectrofotométrica de cada una de las pruebas en cubetas de 20 ml. a 626 n. m. de longitud de onda frente a agua destilada.

Mediante la línea de calibración se determina la cantidad de amoníaco expresado en microgramos por mililitro que contiene la muestra.

- **1.7. Interferencias.**

Algunos iones metálicos pueden producir interferencias en el método, pero en este caso no hay que tenerlo en cuenta porque quedan retenidos en el filtro.

Nota. Toda el agua destilada que se utilice en el método deberá comprobarse que está exenta de amoníaco.

Los reactivos químicos fenol e hipoclorito sódico deben conservarse en cámara frigorífica entre + 3 y + 6° C. Igualmente debe de hacerse con las soluciones reactivas números 2, 3, 5 y 6.

- **1.8. Cálculos.**

El contenido en amoníaco, expresado en microgramos por metro cúbico, se calcula mediante la siguiente fórmula:

2. Método de medición Se admite como representativo de la concentración de vapores amoniacales, el método denominado de «Nessler», según la siguiente descripción:

- **2.1.** Principio del método.

Se hace pasar el aire a través de una solución de ácido sulfúrico, donde queda retenido el amoníaco en forma de sulfato amónico.

Esta solución se valora por colorimetría mediante el reactivo de Nessler.

- **2.2.** Toma de muestra.

La toma de muestra se realiza siguiendo las normas descritas en el método general (anexo número 2, apartado número 1).

Como filtro se utiliza el papel Whatman número 1.

El barboteador tendrá 150 mililitros de capacidad y un diámetro aproximado de 5 centímetros. En él se pondrán 100 mililitros de la solución captadora que se describe más adelante.

El período de toma de muestra será de 24 horas, procurando cambiar el barboteador todos los días a la misma hora, si se desea un estudio continuo.

- **2.3.** Instrumentos y material.

Un espectrofotómetro para medir longitudes de onda de 410 n. m. (Puede sustituirse por un fotocolorímetro de suficiente sensibilidad.)

Cubetas de vidrio para el espectrofotómetro, de 10 milímetros de paso de luz.

Tubos aforados o probetas de 10 mililitros, con tapón esmerilado.

Pipetas aforadas de 1, 2, 3, 4, 6, 7, 8, 9 y 10 mililitros.

Matraces aforados de 1.000 mililitros (dos unidades).

- **2.4.** Reactivos químicos.

Acido sulfúrico de P. e. = 1,84.

Sulfato amónico (R. A.)

- **2.5.** Soluciones de reactivos.

- **1.** Solución captadora.

Se toman 1,4 mililitros de ácido sulfúrico de P. e. = 1,84 y se diluyen con agua destilada en 1.000 mililitros en matraz aforado.

o **2.** Solución patrón (concentrada).

Disolver 3,8793 gramos de sulfato amónico anhidro en agua destilada en un matraz aforado de 1.000 mililitros y completar hasta el enrase. (Esta solución contiene un miligramo de amoníaco por mililitro.)

o **3.** Solución patrón (de trabajo).

Se toman 10 mililitros de la solución patrón concentrada (solución 2) y se diluyen a 1.000 mililitros con agua destilada en un matraz aforado. (Esta solución contiene 10 microgramos de amoníaco por mililitro.)

o **4.** Reactivo Nessler.

Mezclar volúmenes iguales de las soluciones A y B de este reactivo. Estas soluciones se pueden adquirir en el comercio, siempre que sean de garantía (una marca asequible es la Merck).

También pueden prepararse en el laboratorio por el método habitual.

• **2.6.** Procedimiento para la determinación.

Trasvasar la muestra a un matraz aforado de 100 mililitros, lavar el barboteador y enrasar con agua destilada.

Se toman 5 mililitros de la muestra y se llevan a una probeta o tubo aforado de 10 mililitros, enrasando con agua destilada.

De la misma forma se preparan una serie de patrones conteniendo 1, 2, 4, 6, 8 y 10 mililitros de la solución patrón de trabajo (número 3) que se completan a un volumen de 10 mililitros con agua destilada.

Se añade 1 mililitro de reactivo Nessler (número 4) tanto a la muestra como a los patrones recién preparados. Se agitan y se mide la intensidad de color de cada uno de ellos a 410 nm.

De los valores obtenidos con las soluciones patrones se deduce el contenido de la muestra.

Cuando por la concentración de amoníaco de la muestra no coincida la intensidad de color dentro del intervalo de los patrones preparados, se preparará otra nueva dilución de la muestra, tomando un volumen mayor o menor de 5 mililitros, según haya sido el resultado obtenido en la primera determinación.

- **2.7. Interferencias.**

Cuando existe en el aire la presencia de aldehídos, se producen interferencias positivas en este método, en cuyo caso debe utilizarse el método de referencia del fenolato sódico (anexo número 6.1.).

Nota. El agua destilada que se emplea en el método deberá comprobarse que está exenta de amoníaco.

- **2.8. Cálculos.**

El contenido en amoníaco expresado en microgramos por metro cúbico se calcula mediante la siguiente fórmula:

3. Los resultados del método de medición «Nessler» serán válidos para la Red Nacional, siempre que no existan agentes en el aire que interfieran, perturben o incidan en el método. Sin embargo, serán aceptables cuando a pesar de la presencia de tales agentes, la diferencia obtenida por la técnica patrón y el método de medición queden comprendidos en el intervalo del 10 por 100, en más o en menos, de los correspondientes al primero.

4. Asimismo serán válidas las determinaciones realizadas por otros sistemas de medición cuando hechas las oportunas correcciones sea posible obtener mediciones comprendidas en el intervalo del 10 por 100 señalado en el apartado anterior.

ANEXO VII

PROCEDIMIENTO PARA DETERMINAR EL NIVEL DE INMISIÓN DE LOS ÓXIDOS DE NITRÓGENO

(BOE núm. 246, de 13 de octubre de 1980)

1. Técnica patrón. Se establece como tal la denominada Griess Salzman, que responde a la siguiente descripción:

- **1.1. Principio del método:**

Los óxidos de nitrógeno que contaminan el aire se recogen en la forma de NO₂ sobre una disolución de trietanolamina y se valoran por clorimetría por la reacción de Griess Salzman frente a patrones de nítrico sódico.

- **1.2.** Toma de muestras:

El aire exterior se aspira con una bomba a través del aparato de toma de muestras esquematizado en la figura 1.

Como el método diferencia de las formas menos oxidadas (NO) de las más oxidadas (NO₂, N₂O₄, etc.) del nitrógeno, el aparato de toma de muestras dispone de dos barboteadores A y D. El primero retiene el NO₂ existente en el aire, mientras que el NO pasa a través del barboteador A y se oxida a NO₂ mediante una lámpara de ozono interpuesta en el circuito. Seguidamente el exceso de ozono se destruye al pasar la corriente de aire ozonizado a través de lana de plata calentada a 130o.

El NO del aire, que ha sido transformado en NO₂ se recoge en el barboteador D.

Transcurrido el tiempo de la toma de muestra, se retiran las muestras A y D y se analizan en el laboratorio.

- **1.2.1.** Condiciones de la toma de muestra:

El caudal de aire aspirado por el aparato debe de ser del orden de unos 35 litros/hora.

Los barboteadores A y D son frascos lavadores de gases con placa difusora de vidrio de unos 100 ml. de capacidad.

El sistema de oxidación del NO (B) es una lámpara de ozono (OZ 4) alojada en un cilindro de aluminio o de acero inoxidable, con entrada y salida para el aire y alimentación de la red eléctrica con un voltímetro regulador, de forma que la lámpara proporcione aproximadamente una concentración de 1,5 p. p. m. de ozono, lo que se consigue estableciendo una diferencia de potencial de unos 165 voltios.

Inmediatamente después de la lámpara de ozono existe un sistema eliminador del exceso de ozono (C) que consiste en un tubo de vidrio, especialmente diseñado para este objeto, relleno con lana de plata y calentado exteriormente con una manta eléctrica calefactora que dispone de un reostato para regular la temperatura a 130° C.

Al principio del circuito se interpone un filtro de papel Whatman número 1 con objeto de retener las partículas en suspensión que acompañan al aire aspirado.

Al final del circuito se instala un contador de gas y la bomba regulable de aspiración del aire.

- **1.3.** Instrumentos y material de laboratorio:
 - **a)** Un espectrofotómetro que abarque un intervalo de longitudes de onda entre 400 y 700 nm.
 - **b)** Cubetas de vidrio para espectrofotómetro de 1 cm. paso de luz.
 - **c)** Un equipo completo según esquema (figura 1).
 - **d)** Matraces aforados de 50 ml.
 - **e)** Matraces aforados de 100 c.c.
 - **f)** Pipetas aforadas de 1, 2, 3, 4, 5 y 10 ml.
 - **g)** Diverso material de laboratorio.

- **1.4.** Reactivos químicos:

Trietanolamina.

N. butanol.

Acetona.

Fosfato diamónico.

Acido o. fosfórico 85 por 100.

Acido sulfanílico.

Cl. H. N. naftil etilendiamina.

Nitrito sódico.

Agua destilada y desionizada.

Todos estos reactivos deben ser de pureza analítica garantizada.

- **1.5.** Soluciones de reactivos:
 - **1)** Solución captadora de NO₂:

Disolver 15 gramos de trietanolamina en 500 ml. de agua

destilada, añadir 3 ml. de N butanol y completar hasta un litro, con agua.

o **2)** Solución tampón (B):

Fosfato diamónico para análisis: 200 gr.

Acido ortofosfórico 85 por 100: 250 c.c.

Agua destilada c. s. p.: 1.000 c.c.

o **3)** Solución de diazotación (C):

Acido sulfanílico: 10 gr.

Acetona: 100 ml.

Agua destilada c. s. p.: 1.000 c. c.

o **4)** Solución de copulación (D):

Diclorhidrato de N (naftil 1) etilenodiamina: 200 mg.

Solución tampón (B): 250 c. c.

Agua destilada c. s. p.: 1.000 c.c.

o **5)** Reactivo colorimétrico (E):

En el momento de su uso, efectuar la mezcla volumen a volumen de las soluciones (C) y (D).

o **6)** Solución patrón (madre):

Disolver 0,15 gramos de nitrito sódico en agua destilada y completar a un litro, valorar por manganimetría. Esta solución contiene 100 ug. NO₂ por ml.

Las soluciones 3, 4 y 6 deben conservarse a 4 °C, en frasco de vidrio topacio. La duración aproximada de las soluciones es de un mes a partir de su preparación.

• **1.6.** Procedimientos de la determinación:

Colocar en los barboteadores 50 ml. de la solución absorbente, dejando pasar el aire por espacio de veinticuatro horas, con un flujo aproximado de 35 litros/hora.

Al finalizar la toma de muestra se trasvasa del frasco captador de solución absorbente a un matraz aforado de 50 ml., lavando con porciones de solución captadora número 1 y completando con solución captadora hasta el enrase.

Tomar 10 ml. de la muestra y completar a 100 c. c. (o bien 1 al 10) con la solución de reactivo colorimétrico (E).

Esperar una hora agitando de vez en cuando y leer en el espectrofotómetro frente a agua destilada con una longitud de onda de 550 nm. y cubetas de 1 cm. de paso de luz.

A partir de la línea de calibración, determinar la cantidad de NO₂ en la parte alícuota de 10 ml. empleada.

En el primer barboteador determinamos NO₂ y en el segundo NO₂ procedente del NO previamente oxidado por el ozono.

Curva de calibración:

Se diluye la solución patrón madre de forma que cada ml. contenga 5 mcg. de NO₂.

De esta solución se toman 1, 2, 3 y 5 ml. y se llevan a matraces aforados de 100 ml. Se completan hasta 10 ml. con solución absorbente (número 1) y se efectúan las adiciones indicadas en 1.6 (párrafo tercero). A la vez se prepara una prueba en blanco.

Trazar la línea, $a = f(m')$, donde m' es la masa de iones NO₂ que confiera la solución final la absorbencia a .

Ajustar por el método de los mínimos cuadrados.

Por encima de 60 mcg. de NO₂ no se cumple la Ley de Lambertbeer; por tal motivo, cuando se rebase esta concentración se verifican diluciones hasta alcanzar el intervalo deseado.

Cálculo:

En el cálculo se utiliza un factor de corrección de 0,85 de paso ug/NO₂ (gas) a ug de NO₂ (ión).

Los valores de NO y NO₂ se expresan todos en NO₂.

Interferencias:

La interferencia del SO₂ se elimina con la adición de acetona al reactivo de diazotación 1.5.3.

Nota:

El óxido de plata formado por la acción del ozono sobre la plata se descompone en plata y oxígeno calentando el algodón de plata a 300 °C durante treinta minutos. De esta forma la lana de plata puede utilizarse nuevamente.

2. Asimismo serán válidas las determinaciones realizadas por otros sistemas de medición cuando hechas las oportunas correcciones sea posible obtener mediciones comprendidas en el intervalo del 10 por 100 señalado en el apartado anterior.