

# SEGUNDO ENSAYO DE APTITUD DE METALES Y HAP's EN SOPORTES DE MUESTREO CON MATERIAL PARTICULADO ATMOSFÉRICO (fracción PM10)

J. Calderón<sup>2</sup>, M. Vendrell<sup>2</sup>, F. Centrich<sup>2</sup>, N. Cots<sup>1</sup>, E. Pérez<sup>1</sup>

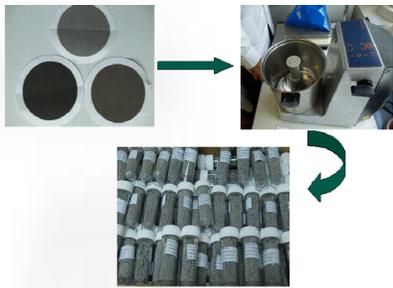
<sup>1</sup>Departament de Medi Ambient i Habitatge de la Generalitat de Catalunya

<sup>2</sup>Servei de Química. Laboratori Agència de Salut Pública de Barcelona

## Introducción

El Real Decreto 812/2007, de 22 de junio, establece, entre otros aspectos, el marco legislativo para el arsénico, el cadmio, el níquel y los hidrocarburos aromáticos policíclicos (HAP's) en aire ambiente, así como el Real Decreto 1073/2002, de 18 de octubre, lo establece para el plomo. En éstos se determina que la evaluación de los niveles de estos contaminantes debe realizarse a partir de su determinación en la fracción PM10. Actualmente, no existen ensayos de aptitud para HAP's y los que existen para metales, no contienen la matriz del material particulado, ya que el analito es adicionado a un filtro blanco con lo que el efecto matriz no es considerado. Por este motivo se consideró, como ya se hizo en 2006, la necesidad de organizar un ensayo de aptitud entre laboratorios que realizan análisis de metales y HAP's en muestras de material particulado procedentes de aire ambiente. En este trabajo se presentan los métodos de preparación de la muestra de ensayo, los resultados obtenidos y la evaluación el ejercicio.

## Preparación de la muestra a ensayar



Se han preparado dos nuevas muestras homogéneas a partir de filtros de fibra de cuarzo procedentes del muestreo de la fracción PM10 del material particulado de estaciones de la red de Cataluña. Los distintos filtros fueron triturados y homogeneizados. También se ha incluido, en el presente ejercicio, la muestra distribuida en el año 2006 para la determinación de metales.

**Homogeneidad:** Se realiza el estudio sobre 10 viales de cada una de las tres muestras, seleccionados aleatoriamente y analizados por duplicado.

No se ha obtenido ningún resultado aberrante por el test de Grubbs. Posteriormente, se aplicó el test estadístico ANOVA. La estabilidad se confirmó, al cabo de 4 meses, período que duró la organización del ejercicio interlaboratorio, sin observarse variaciones significativas, tanto para metales como para HAP's.

## Resultados

### METALES:

Metales determinados: Ni, Cd, As y Pb

Número de participantes: 20

Número de réplicas por laboratorio: 1

Métodos de digestión: 80 % microondas, 20 % digestión húmeda

Métodos instrumentales: AAS/ ICP-MS/ICP-OES

### HAP's:

Compuestos determinados: Benzo(a)pireno, Benzo(a)antraceno, Benzo(b)fluoranteno, Benzo(j)fluoranteno, Benzo(k)fluoranteno,

Indeno(1,2,3-cd)pireno, dibenzo(a,h)antraceno, benzo(g,h,i)perileno

Número de participantes: 15

Número de réplicas por laboratorio: 1

Métodos de extracción: 33 % Soxhlet, 33 % ASE, 27 % US y 7% MAE

Métodos instrumentales: GC-MS/HPLC-FL

	Muestra 2006			Muestra 08-2010			Muestra 10-2010		
	Valor asignado (µg/g filtro)	SD descriptiva	% Z-score satisfact.	Valor asignado (µg/g filtro)	SD descriptiva	% Z-score satisfact.	Valor asignado (µg/g filtro)	SD descriptiva	% Z-score satisfact.
As	0.62	0.14 (13)	85	1.95	0.25 (17)	76	1.06	0.21 (14)	86
Cd	0.33	0.04 (17)	82	0.26	0.07 (16)	75	0.47	0.07 (16)	82
Ni	4.40	0.51 (20)	70	4.73	1.03 (19)	74	4.57	1.04 (19)	68
Pb	19.60	2.01 (20)	71	13.30	2.26 (19)	84	11.82	1.87 (19)	79

	Muestra 08-2010			Muestra 10-2010		
	Valor asignado (ng/g filtro)	SD descriptiva	% Z-score satisfact.	Valor asignado (ng/g filtro)	SD descriptiva	% Z-score satisfact.
Benzo(a)pireno	119	26.69 (13)	85	90.37	13.30 (12)	92

(Entre paréntesis figura el número de resultados con evaluación cuantitativa)

Para el cálculo estadístico no se han considerado los resultados anómalos (a partir de +/- 50 % de la mediana), ni aquellos que han sido informados como inferior al límite de cuantificación. Se calculó el valor asignado como la media empleando el algoritmo robusto (H15).

Se muestra la desviación estándar obtenida en el ejercicio (SD descriptiva) y el % de participantes con resultado satisfactorio (al comparar el resultado obtenido con el valor asignado y teniendo en cuenta la desviación estándar objetiva marcada por la ecuación de Horwitz-Thompson).

## Conclusiones

Se ha podido preparar un material particulado con contenido real de metales y HAP's. Las muestras preparadas para su estudio han cumplido los requisitos de homogeneidad y estabilidad para ser utilizado en un ejercicio interlaboratorio.

Los resultados obtenidos son comparables, independientemente de los métodos de análisis utilizados.

El número de participantes, excepto en algún caso de HAP's, ha sido suficiente para cumplir los indicadores de calidad del ejercicio.

- Los valores de precisión interlaboratorio obtenidos se encuentran en el orden de los informados en otros ejercicios de interlaboratorio.

En algunos casos, los límites de cuantificación no son adecuados para el cumplimiento de la legislación aplicable en calidad del aire.

- Los valores obtenidos para la muestra 2006, coinciden con los iniciales, lo que demuestra que el contenido de metales se mantiene estable, al cabo de 4 años.