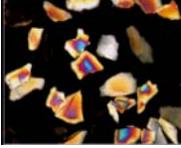


SÍLICE Y AGLOMERADOS DE CUARZO

METODOLOGÍAS PARA LA DETERMINACIÓN DE SÍLICE CRISTALINA

Dr. José María Rojo Aparicio
Dpto. de Contaminantes y Toxicología
CNVM - INSHT



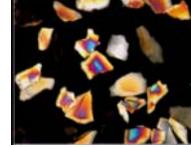
Metodologías para la determinación de sílice cristalina



- Composición/Estructura/Tamaño de partícula
- Caracterización de los aglomerados
- Muestreadores de la fracción respirable
- Métodos normalizados de análisis
- Fiabilidad de las determinaciones de sílice cristalina
- Resultados analíticos



Composición



Mineralogía



"sílice libre"

Cristalina

- Cuarzo (> 90%)
- Cristobalita
- Tridimita
- Trípoli
- Coesita
- Estisovita
- ...

Amorfa

- Ópalo
- Sílice vítrea
- Sílice biogénica
- Sílice fundida
- Sílice pirogénica
- Sílice coloidal
- Sílica gel

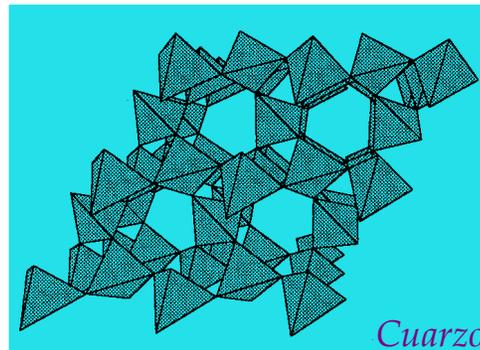
FACTORES MINERALOGICOS

Impurezas

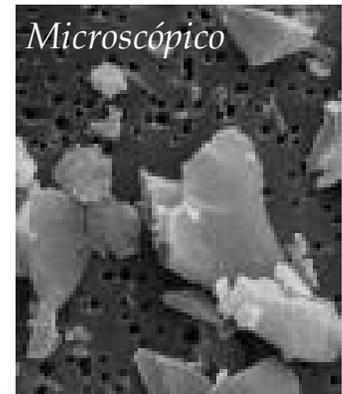
RESPUESTA BIOLÓGICA



Macroscópico

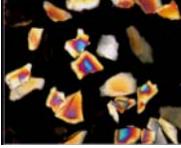


Cuarzo

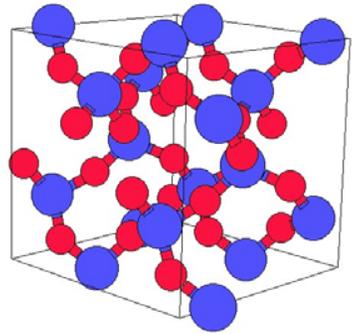


Microscópico

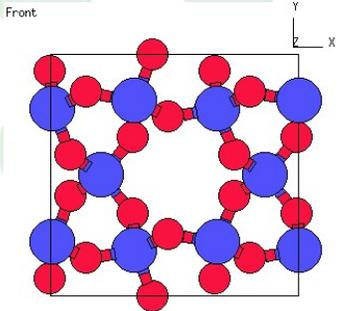
Estructura



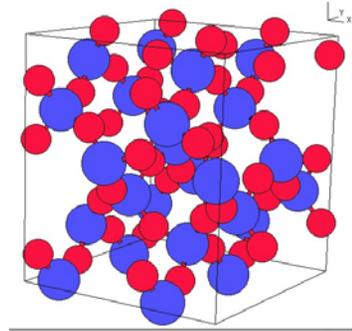
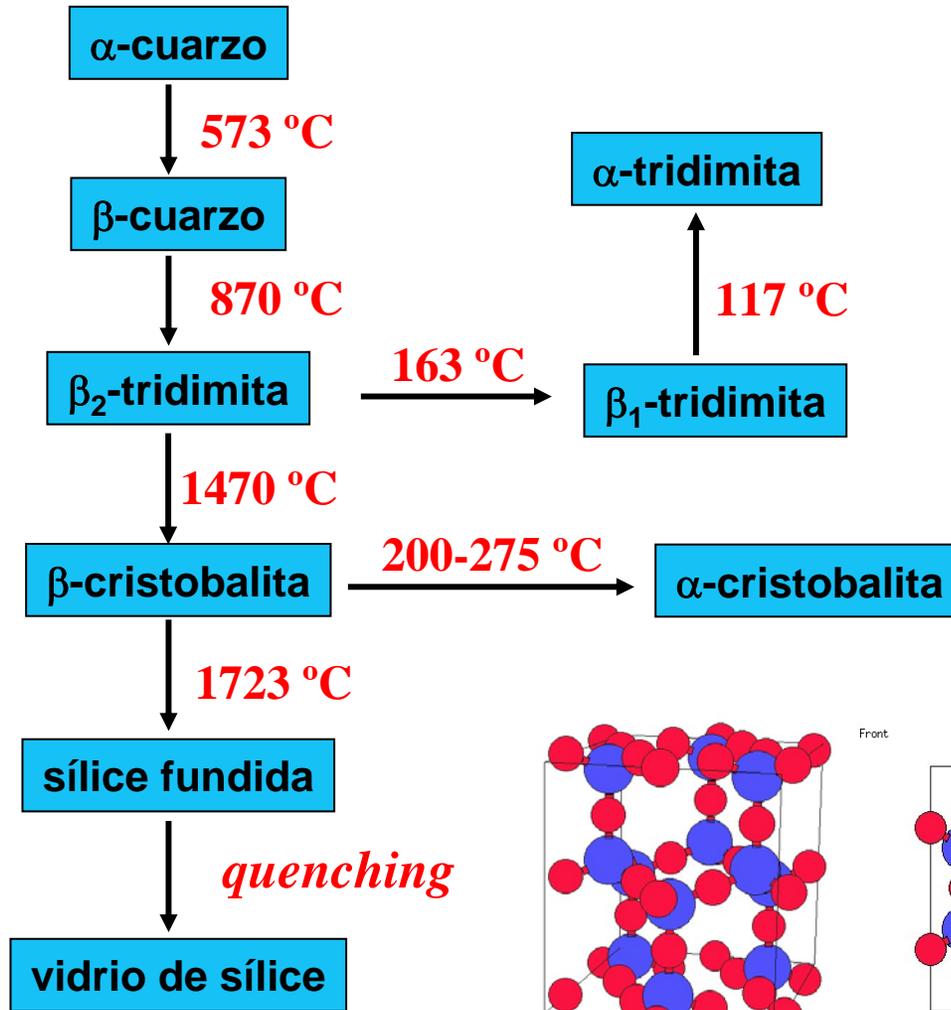
Estabilidad



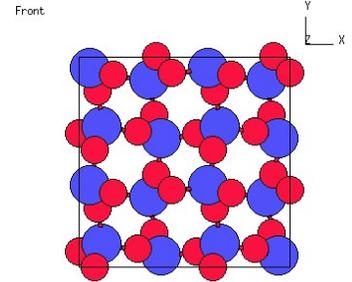
CUARZO



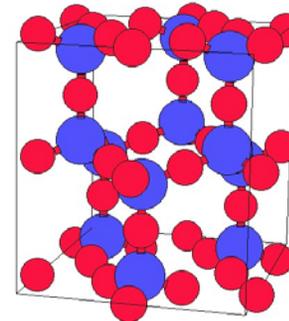
2,648 g/cm³



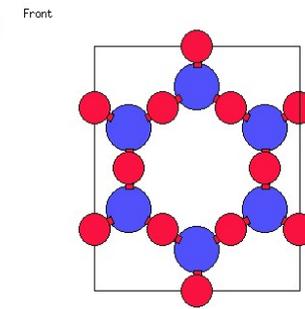
CRISTOBALITA



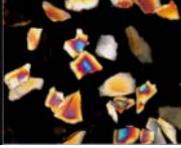
2,318 g/cm³



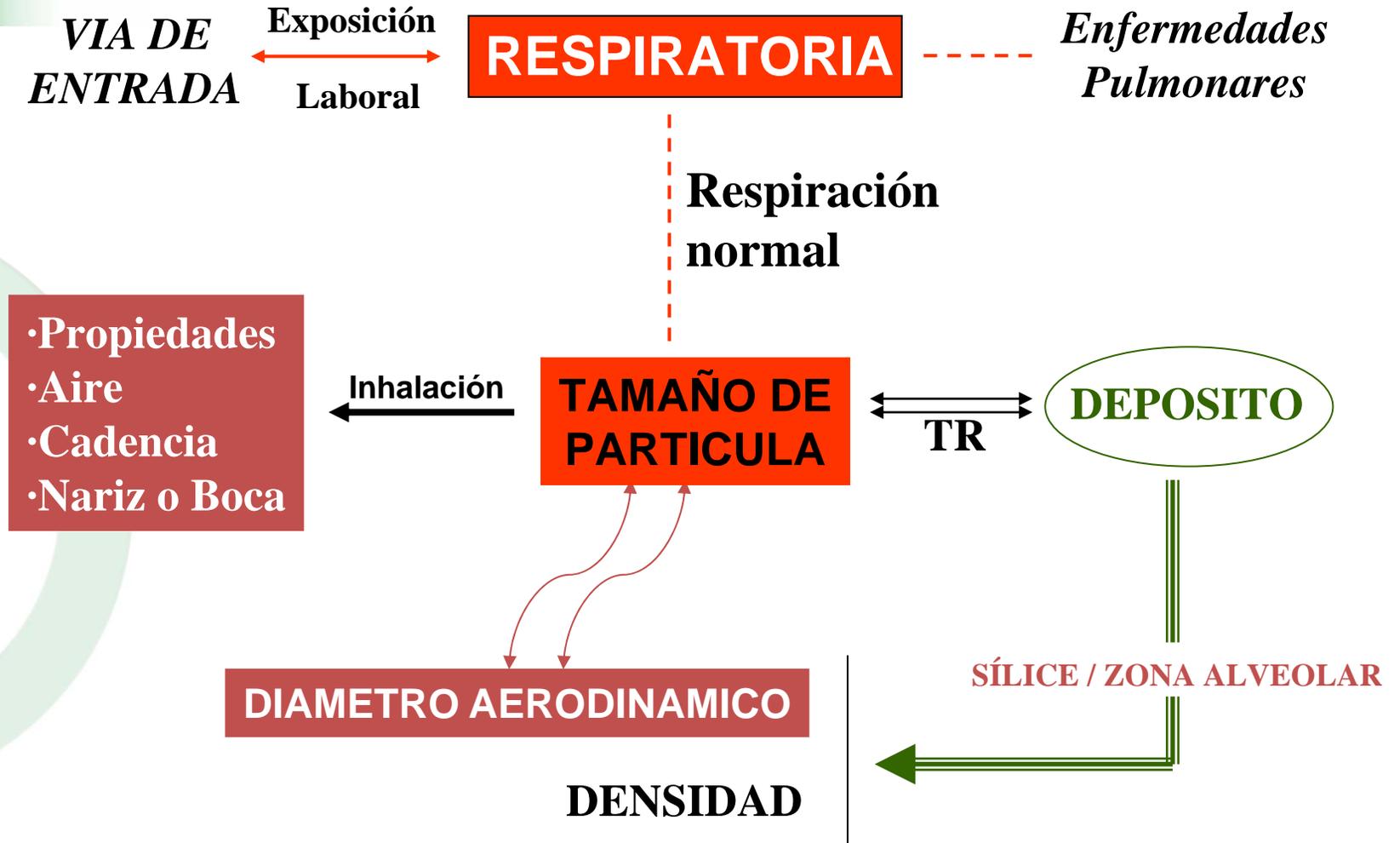
TRIDIMITA



2,269 g/cm³



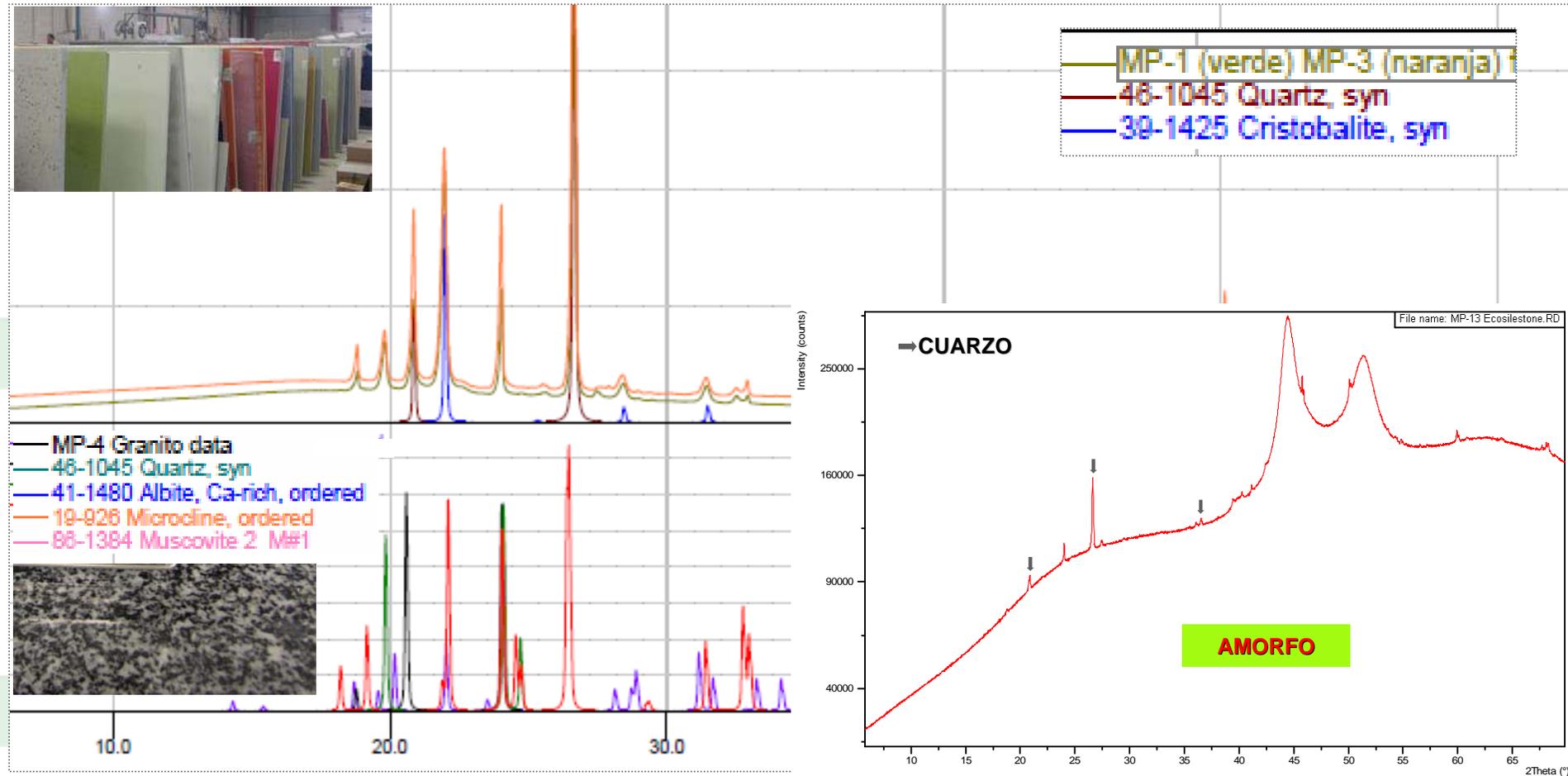
Materia particulada y sistema respiratorio





Composición de los materiales

DRX





Composición de los materiales

Separación por sedimentación:
$$t = \frac{18\eta h}{(\rho_{\text{cuarzo}} - \rho_{\text{agua}})d^2 g}$$

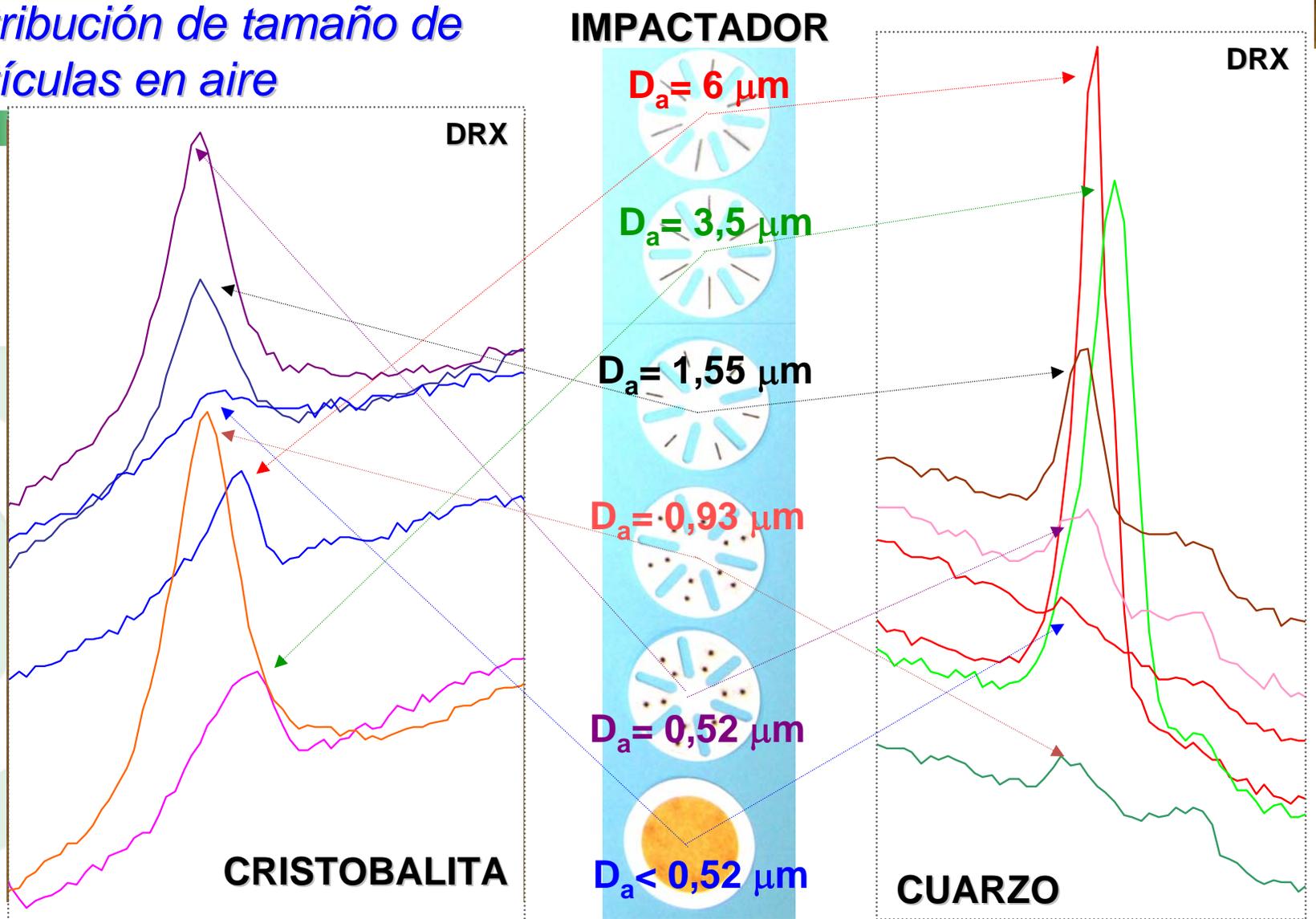
Método:
DCT/DRX-P1/04

MATERIAL	POLVO DE MECANIZADO			FRACCIÓN RESPIRABLE			
	(%) Cuarzo	(%) Cristobalita	(%) Total	(%) Peso	(%) Cuarzo	(%) Cristobalita	(%) Total
1	24	28	52				
2	50	10	60	12	19	10	29
3	18	19	37	9	7	3	10
4	3	7	11	14	34	31	65
5	56	9	65	4	< LD	< LD	-
6				15	54	< 3	~ 55
7	41	24	65	15	37	16	53
8	70	< 3	~ 70	12	52	< 2	~ 52
9	90	< 2	~ 90	8	62	< 2	~ 62

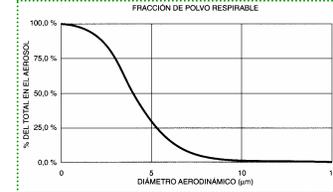
Caracterización de los aglomerados



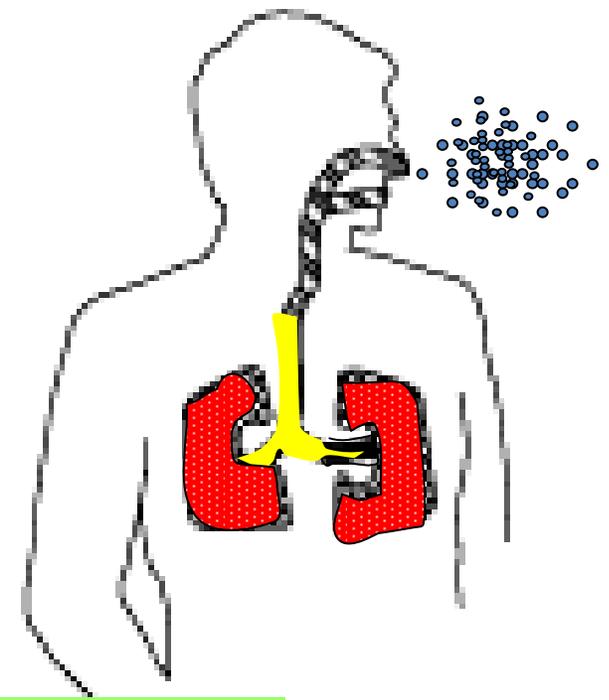
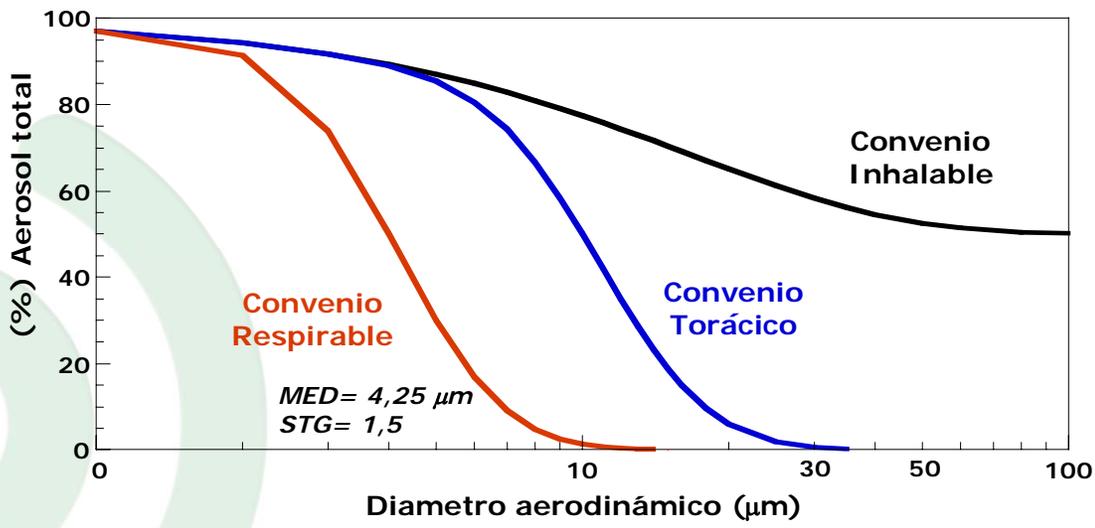
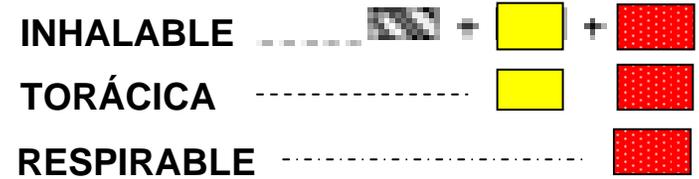
Distribución de tamaño de partículas en aire



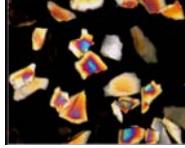
Muestreadores de la fracción respirable



UNE-EN 481 Fracción respirable



Los convenios describen las fracciones de aerosol que muestrearía un selector ideal.



Equipamiento para la toma de muestras



SISTEMA DE MUESTREO

Muestreador

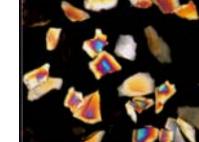
Elemento de retención

Bomba de muestreo

AIRE

Instrumentación





Muestreadores de la fracción respirable (CEN/TR 15230:2005)



MUESTREADOR	CAUDAL (l/min)	ELEMENTO DE RETENCIÓN	FABRICANTE
IOM Multifracción	2	Filtro	SKC
CIP 10-R	10	Espuma	ARELCO
GK2.69	4,2	Filtro	BGI
SIMPEDS	2,2	Filtro	CASELLA
Respicon	3,11	Filtro	HUND
Ciclón de aluminio	2,5	Filtro	SKC
Ciclón de plástico conductor	2,2		
GS-1	2,0	Filtro	SKC
GS-3	2,75		
PGP-FSP 2	2	Filtro	GSM
PGP-FSP 0	10	Filtro	GSM
10 mm Nylon	1,7	Filtro	PANAMETRICS

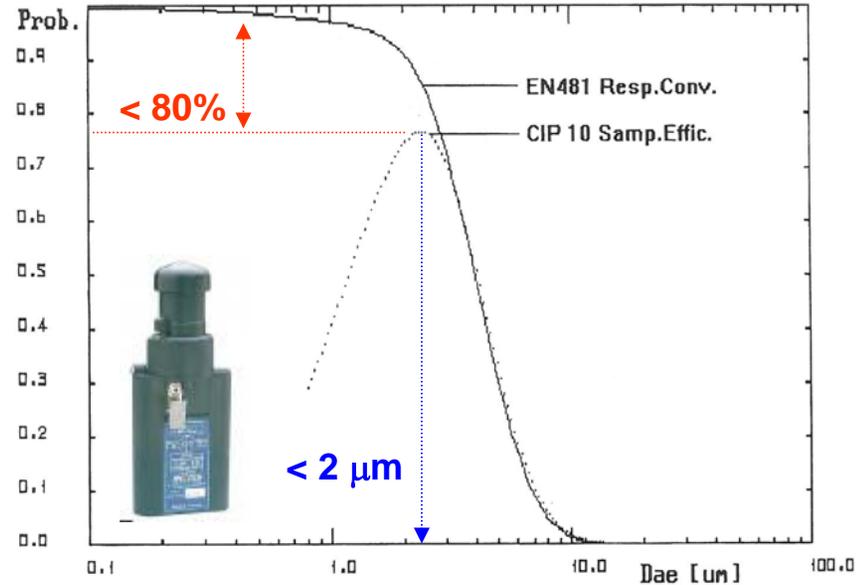
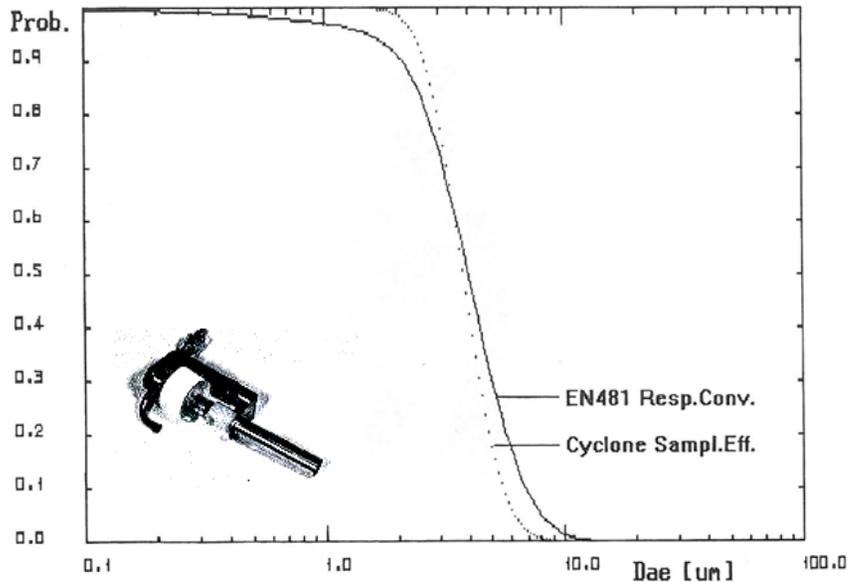
CEN 13205:2005



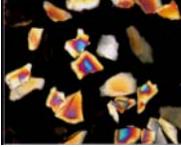
Muestreadores de la fracción respirable

Convenio para un selector ideal

Da (μm)	1	2	3	4	5	8	10
E (%)	97,1	91,4	73,9	50	30	4,8	1,3



P. Görner and J.F. Fabriés, *Occupational Hygiene* (1996)



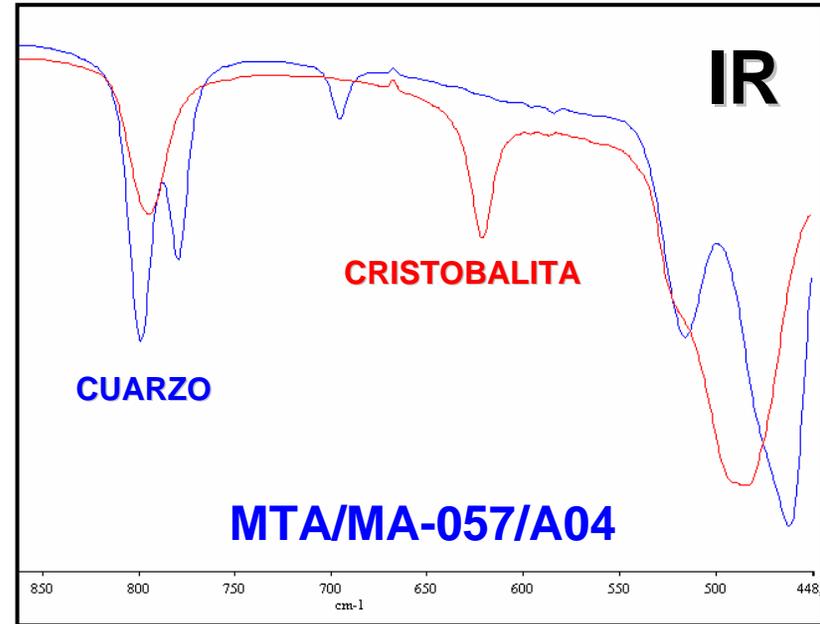
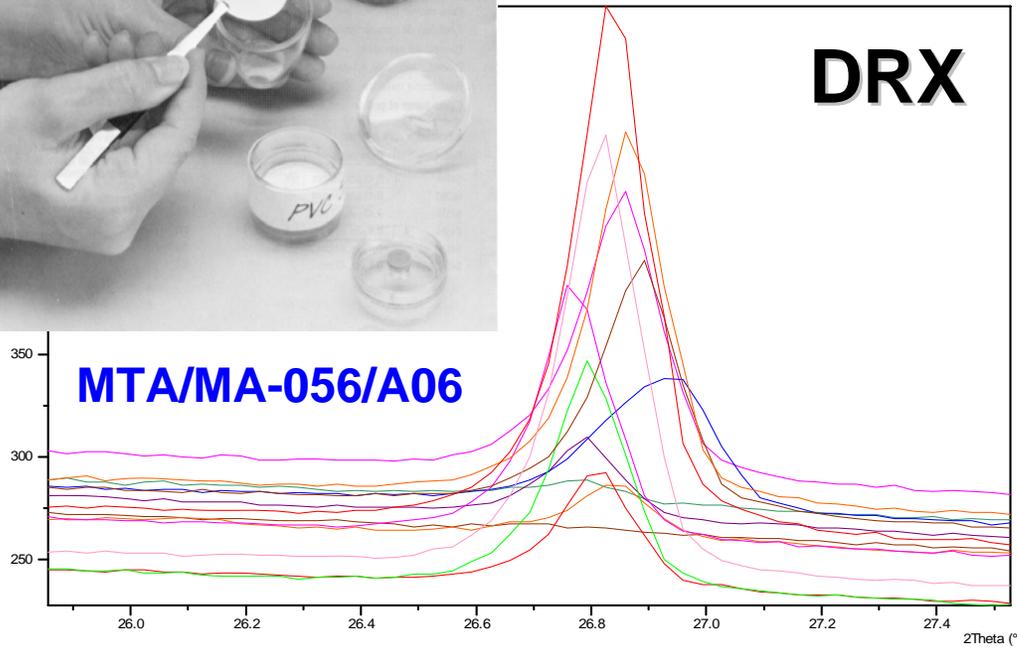
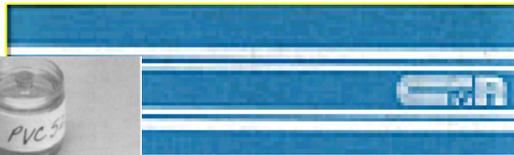
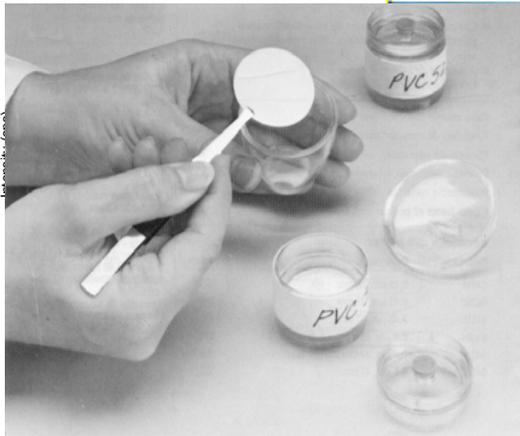
Técnicas de análisis

SÍLICE CRISTALINA

ESPECTROFOTOMETRÍA DE INFRARROJOS (IR)

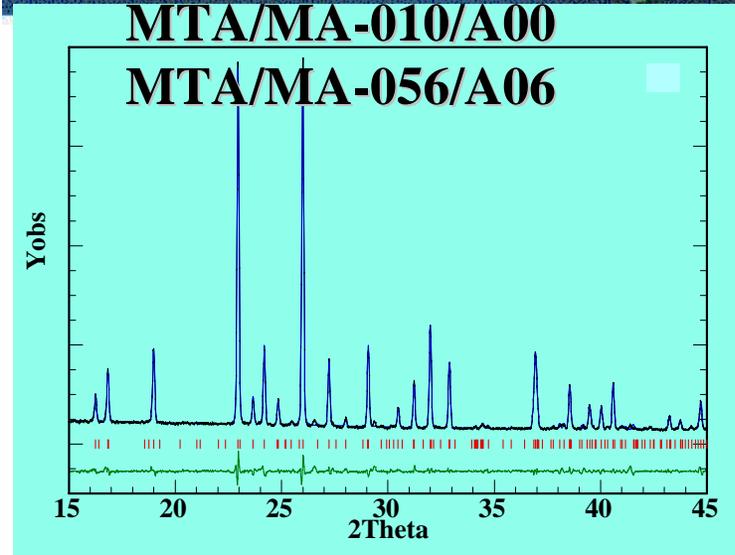
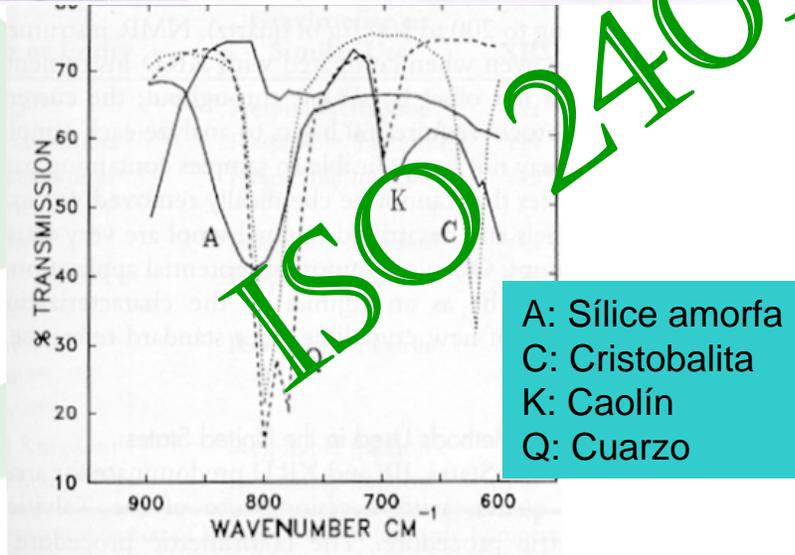
DIFRACCIÓN DE RAYOS X (DRX)

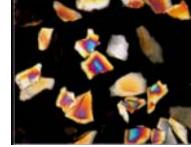
OTROS (Visible, RMN...)



Espectroscopía infrarroja (IR)

Difracción de rayos X (DRX)





DRX

MTA/MA – 056/A06

MUESTREO



PREPARACION DE PATRONES Y MUESTRAS

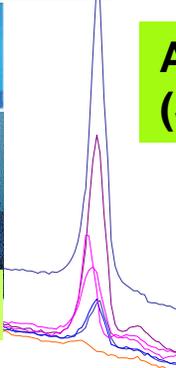


PATRONES

Material de Referencia: BCR



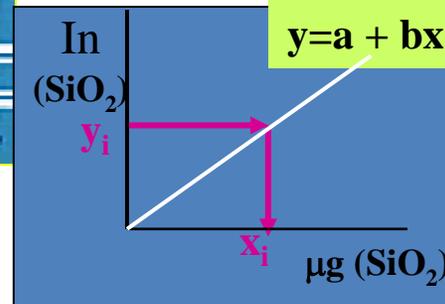
Análisis: 10-200 μg



MTA/MA - 056/A06

AREA (SiO_2)

CÁLCULOS

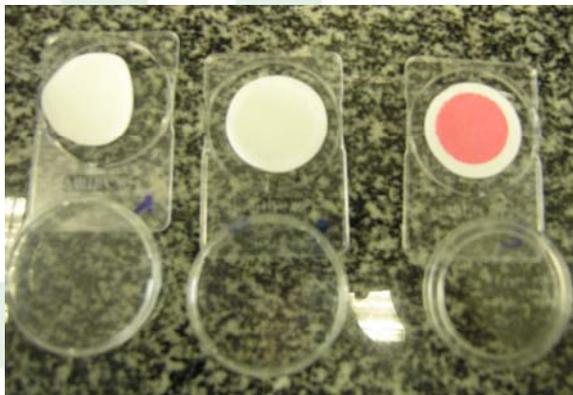


LD = 3 μg
 LC = 9 μg
 CV < 7 %

MTA/MA – 056/A06: Características

DRX

- Intervalo de aplicación: 10 – 200 μg
- Cantidades de sílice en filtro (LD = 3 μg y LC = 9 μg)
- Precisión (< 7%) [$\leq 4\%$ para cantidades superiores a 30 μg]
- Recuperación > 98%
- Sesgo $\leq 7\%$
- Interferencias



Aplicabilidad a los valores límite de exposición diaria

	VLA-ED (mg/m ³)	1/10 VLA-ED (mg/m ³)	MTA-056	
			Límite de detección, LD (µg/filtro)	Límite de cuantificación, LC (µg/filtro)
Cuarzo	0,1	0,01	3	9
Cristobalita	0,05	0,005	3	9

MUESTREADOR		1/10 VLA-ED (0,1 mg/m ³)		1/10 VLA-ED (hipotético 0,05 mg/m ³)	
Ciclón	Caudal (l/min)	LD Tiempo (h)	LC Tiempo (h)	LD Tiempo (h)	LC Tiempo (h)
Dorr Oliver	1,7	2,9	8,8	5,9	17,6
Higgins Dewel	2,2	2,3	6,8	4,5	13,6
GK 2.69	4,2	1,2	3,6	2,4	7,1



Programa Interlaboratorios de Control de Calidad

Muestras de control: Cuarzo (MRC) en filtros de PVC

Intervalo: 40 – 160 μg cuarzo/filtro

PICC-Sil

Laboratorios participantes 2011: 19 (IR= 12; DRX= 6)

Aportaciones del PICC-Sil a la mejora de evaluación de la exposición



- Mejora la fiabilidad de las determinaciones.
- Reduce la dispersión de los resultados.
- No existen diferencias significativas entre los resultados obtenidos por IR o DRX.
- Coeficiente de variación del 10% en las determinaciones analíticas.
- El 80% de los laboratorios participantes muestran resultados satisfactorios.



Muestras ambientales (MTA-056)

DRX

DETERMINACIONES (Muestras = 131; Blancos = 24)							
PERSONALES				AMBIENTALES			
MUESTRAS		BLANCOS		MUESTRAS		BLANCOS	
69		17		62		7	
CICLÓN				IMPACTADOR			
CUARZO		CRISTOBALITA		CUARZO		CRISTOBALITA	
$N_{[>LD]}$ (%)	$N_{[>LC]}$ (%)	$N_{[>LD]}$ (%)	$N_{[>LC]}$ (%)	$N_{[>LD]}$ (%)	$N_{[>LC]}$ (%)	$N_{[>LD]}$ (%)	$N_{[>LC]}$ (%)
68 (98 %)	60 (87 %)	60 (87 %)	29 (42 %)	27 (43 %)	20 (32 %)	21 (34 %)	17 (27 %)

Metodologías para la determinación de sílice cristalina



FACTORES A CONSIDERAR EN LA EVALUACIÓN DE LAS EXPOSICIONES A SÍLICE CRISTALINA

1. **Materiales** → **Composición / Polimorfos**

2. **Toma de muestras** → **Muestreador**

3. **Análisis** → **Técnica / Método**



METODOLOGÍA ADECUADA PARA LA EVALUACIÓN DE LA EXPOSICIÓN



**SÍLICE Y AGLOMERADOS
DE CUARZO**

**GRACIAS POR SU
ATENCIÓN**