

**DETERMINACIÓN DE SÍLICE CRISTALINA
(FRACCIÓN RESPIRABLE) EN AIRE. MÉTODO DEL
FILTRO DE MEMBRANA / ESPECTROFOTOMETRÍA
DE INFRARROJOS**

MTA/MA – 057/A17



GOBIERNO
DE ESPAÑA

MINISTERIO
DE EMPLEO
Y SEGURIDAD SOCIAL

insbt

Instituto Nacional de Seguridad,
Salud y Bienestar en el Trabajo

Título:

MTA/MA-057/A17: Determinación de sílice cristalina (fracción respirable) en aire. Método de filtro de membrana/ Espectrofotometría de infrarrojos

Autor:

Instituto Nacional de Seguridad, Salud y Bienestar en el Trabajo (INSSBT), O.A., M.P.

Dirección y Coordinación de la colección:

Centro Nacional de Verificación de Maquinaria - Bizkaia

Edita:

Instituto Nacional de Seguridad, Salud y Bienestar en el Trabajo (INSSBT), O.A., M.P.

C/ Torrelaguna, 73 - 28027 Madrid

Tel. 91 363 41 00, fax 91 363 43 27

www.inssbt.es

Composición:

Servicio de Ediciones y Publicaciones del INSSBT

Edición:

Madrid, diciembre 2017

NIPO (en línea): 272-17-068-8

Hipervínculos:

El INSSBT no es responsable ni garantiza la exactitud de la información en los sitios web que no son de su propiedad. Asimismo la inclusión de un hipervínculo no implica aprobación por parte del INSSBT del sitio web, del propietario del mismo o de cualquier contenido específico al que aquel redirija

Organismos participantes en el Programa Nacional de Normalización de Métodos de Toma de Muestra y Análisis:

- Instituto Nacional de Seguridad, Salud y Bienestar en el Trabajo, O.A., M.P.
- Centro Nacional de Condiciones de Trabajo - Barcelona
- Centro Nacional de Medios de Protección - Sevilla
- Centro Nacional de Nuevas Tecnologías - Madrid
- Centro Nacional de Verificación de Maquinaria - Bizkaia

Catálogo general de publicaciones oficiales:

<http://publicacionesoficiales.boe.es>

Catálogo de publicaciones del INSSBT:

<http://www.inssbt.es/catalogopublicaciones/>



**DETERMINACIÓN DE SÍLICE CRISTALINA (FRACCIÓN RESPIRABLE) EN AIRE.
MÉTODO DEL FILTRO DE MEMBRANA / ESPECTROFOTOMETRÍA
DE INFRARROJOS**

Palabras clave: Sílice cristalina, cuarzo, cristobalita, aire, espectrofotometría de infrarrojos

1 OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Este método describe el procedimiento a seguir y el equipo necesario para la determinación de la concentración de los polimorfos de sílice cristalina, cuarzo y/o cristobalita, en la fracción respirable del aire de los lugares de trabajo, mediante su captación con un muestreador de la fracción respirable en un filtro de PVC y análisis por espectrofotometría de infrarrojos (FT-IR).

Este método puede presentar limitaciones cuando se presenten conjuntamente varios polimorfos de la sílice cristalina (cuarzo, cristobalita y/o tridimita) y otras sustancias interferentes. En este caso será necesario, para su cuantificación individual, utilizar el método MTA/MA-56/A05.

Se consideran como interferencias todas aquellas sustancias que presenten bandas de absorción en la región correspondiente a la sílice cristalina respirable, cuyos máximos aparecen aproximadamente a 800 cm^{-1} , y 780 cm^{-1} , así como otras sustancias que puedan interferir en la fase de preparación de la muestra. Entre las más habituales se encuentran grafito, sílice amorfa, caolinita, otros silicatos y calcita (véase apartado 8).

El método se ha validado en el intervalo de $10\text{ }\mu\text{g/filtro}$ a $200\text{ }\mu\text{g/filtro}$ de cada poliformo de sílice cristalina (cuarzo y cristobalita), que corresponde a un intervalo de concentraciones en aire de $0,005\text{ mg/m}^3$ a $0,1\text{ mg/m}^3$ para un volumen de muestreo supuesto de 2000 litros de aire y que cubre el intervalo desde la décima parte al doble del valor límite de exposición diaria (VLA-ED) de ambos polimorfos. El límite inferior del método está condicionado por el límite de cuantificación, que es función del espectrofotómetro y de las condiciones de operación, y debe calcularse en cada caso. El límite superior del intervalo de trabajo puede ser superior ya que la linealidad de la recta de calibrado se mantiene para cantidades superiores de sílice cristalina respirable en el filtro. En cualquier

caso, el intervalo de concentración en aire puede modificarse variando el volumen de aire muestreado.

Este método de toma de muestra y análisis se ha desarrollado para determinar concentraciones medias ponderadas en el tiempo de sílice cristalina (fracción respirable), en tomas de muestra personales y en lugares fijos. Por ello, puede ser utilizado para realizar mediciones de comparación con los valores límite de exposición profesional y mediciones periódicas(12.3). También podría utilizarse para realizar mediciones de evaluación inicial de la concentración media ponderada en el tiempo (12.3).

Este método de toma de muestra y análisis no puede utilizarse para medir concentraciones instantáneas o fluctuaciones de concentración en períodos cortos de tiempo (12.3).

2 DEFINICIONES

A efectos de este documento se consideran de interés las siguientes definiciones provenientes de la norma UNE-EN 1540 (12.5):

2.1 Blanco de campo

Elemento de retención sin usar, tomado del mismo lote utilizado para el muestreo, tratado de la misma forma que los elementos de retención que se usan en el muestreo, excepto que no se utiliza para recoger muestras.

NOTA 1:

Adaptado del apartado 3.1.6 de la Norma EN 14902:2005.

NOTA 2:

El blanco de campo se lleva al lugar de muestreo, se monta en el muestreador, cuando proceda, y se vuelve a llevar al laboratorio de la misma forma que las muestras.

NOTA 3:

Los resultados de análisis de los blancos de campo se utilizan para identificar la contaminación de la muestra que proviene de la manipulación en campo y durante el transporte.

2.2 Blanco de laboratorio

Elemento de retención sin usar, tomado del mismo lote utilizado para el muestreo pero que se deja en el laboratorio.

NOTA 1:

Apartado 3.1.9 de la Norma EN 14902:2005.

NOTA 2:

Los resultados de análisis de los blancos de laboratorio se utilizan para corregir los resultados de la muestra con respecto a la contaminación por un analito y/o interferencias.

[UNE-EN 1540:2012, definición 3.3.7].

2.3 Elemento de retención

Medio en el que se recogen los agentes químicos y/o biológicos en suspensión en el aire para su análisis posterior.

2.4 Fracción respirable

Fracción en masa de las partículas inhaladas que penetra hasta las vías respiratorias no ciliadas.

2.5 Incertidumbre (de medida)

Parámetro asociado al resultado de una medición, que caracteriza la dispersión de los valores que podrían ser razonablemente atribuidos a la concentración del agente químico en aire.

2.6 Límite de detección, LOD

La cantidad menor de un analito que se puede detectar con un nivel de confianza dado.

NOTA 1:

El límite de detección se puede calcular como tres veces la desviación típica de las medidas de un blanco. Esto representa una probabilidad del 50% de que el analito no se detecte estando presente a la concentración del límite de detección.

NOTA 2:

El LOD se puede utilizar como un valor umbral para afirmar la presencia de una sustancia con un nivel de confianza dado.

2.7 Límite de cuantificación, LOQ

La cantidad menor de un analito que se puede cuantificar con un nivel de confianza dado.

NOTA 1:

El límite de cuantificación se puede calcular como diez veces la desviación típica de las medidas de un blanco.

NOTA 2:

El valor del LOQ se puede utilizar como un valor umbral para garantizar la exactitud de la medida de una sustancia.

NOTA 3:

Con el LOQ determinado en un experimento de evaluación basado en 10 grados de libertad, la estimación de una cantidad al nivel del valor umbral del LOQ tiene una probabilidad del 95% de situarse dentro de un intervalo definido como $\pm 31\%$ alrededor del valor verdadero, con un nivel de confianza del 95% para la evaluación.

2.8 Muestreador de la fracción respirable

Muestreador de aerosoles que se utiliza para la recogida de la fracción respirable.

2.9 Polvo en suspensión en el aire

Materia finamente dividida, en estado sólido, dispersada en el aire.

2.10 Precisión

Proximidad de acuerdo entre resultados de ensayo/medida independientes obtenidos bajo condiciones estipuladas.

2.11 Procedimiento de medida

Conjunto de operaciones descritas específicamente para el muestreo y el análisis de los agentes químicos o biológicos en el aire.

NOTA:

Un procedimiento de medida normalmente incluye la preparación del muestreo, el muestreo, el transporte y el almacenamiento, la preparación de las muestras para el análisis y el análisis.

2.12 Sesgo

Diferencia entre la esperanza matemática de un resultado de ensayo o de medida y el valor verdadero.

NOTA 1:

El sesgo es el error no aleatorio total por oposición al error aleatorio. Puede haber uno o más componentes de error no aleatorio que contribuyan al sesgo. Una mayor

diferencia sistemática respecto al valor verdadero se refleja como un valor del sesgo mayor.

NOTA 2:

En la práctica, el valor de referencia aceptado sustituye al valor verdadero. El valor de referencia aceptado (véase la definición en la Norma ISO 3534-2) puede ser, por ejemplo, el valor certificado de un material de referencia, la concentración de una atmósfera de ensayo patrón o el valor diana de una comparación interlaboratorios.

2.13 Sílice cristalina respirable (SCR)

Partículas inhaladas de cuarzo y/o cristobalita que penetran en las vías respiratorias no ciliadas de acuerdo con la Norma UNE-EN 481.

2.14 Sistema de muestreo

Conjunto de componentes cuya misión es separar la fracción relacionada con la salud de interés (inhalable, torácica, respirable) y recogerla en un determinado elemento de retención. La bomba de muestreo, el muestreador y el elemento de retención forman parte del sistema de muestreo.

3 FUNDAMENTO DEL MÉTODO

La muestra se recoge haciendo pasar un volumen conocido de aire a través de un muestreador de la fracción respirable que incorpora un filtro de membrana de PVC, con la ayuda de una bomba de muestreo personal.

El filtro de PVC conteniendo la muestra recogida se calcina, el residuo obtenido se mezcla con bromuro potásico y se prepara una pastilla. A continuación se determina la cantidad de la variedad de sílice cristalina respirable (cuarzo o cristobalita) presente en la muestra mediante espectroscopía infrarroja, midiendo las intensidades de las bandas de absorción características.

A partir de la cantidad de analito presente en la muestra y del volumen de aire muestreado, se obtienen las concentraciones ambientales.

4 REACTIVOS Y PRODUCTOS

Todos los reactivos deben ser de calidad analítica o superior.

Las indicaciones de peligro asignadas a cada reactivo se recogen en el Reglamento (CE) nº 1272/2008 sobre clasificación, envasado y etiquetado de sustancias y mezclas (12.1).

4.1 Material de referencia de sílice cristalina respirable, certificado con una distribución de tamaños de partículas que se corresponda con la distribución de la fracción respirable. Nº CAS: 14808-60-7 (cuarzo), 14464-46-1 (cristobalita).

PRECAUCIÓN: Provoca daños en los pulmones tras exposiciones prolongadas o repetidas.

4.2 Bromuro potásico, especial para espectroscopía de IR. Nº CAS 7758-02-3.

PRECAUCIÓN: Provoca irritación ocular grave.

4.3 Isopropanol. Nº CAS 67-63-0.

PRECAUCIÓN: Líquido y vapores muy inflamables. Provoca irritación ocular grave. Puede provocar somnolencia o vértigo.

4.4 Ácido clorhídrico (HCl), concentrado, mínimo 32% (m/m), densidad aproximada 1,16 g/ml. Nº CAS 7647-01-0.

PRECAUCIÓN: Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves.

4.5 Agua purificada, la conductividad eléctrica será menor de 0,1 $\mu\text{S}/\text{cm}$ y la resistividad mayor de 18 $\text{M}\Omega\text{cm}$ a 25 °C. Nº CAS 7732-18-5.

5 APARATOS Y MATERIAL

5.1 Aparatos y material para la toma de muestra

5.1.1 Bomba de muestreo, capaz de mantener un funcionamiento continuado durante el tiempo de muestreo. El caudal de la bomba debe mantenerse constante dentro de un intervalo de $\pm 5\%$ (12.8).

Para conectar la bomba y el muestreador se utilizará un tubo de goma o plástico de longitud y diámetro adecuados, a fin de evitar estrangulamientos y fugas en las conexiones.

5.1.2 Medidor de caudal, calibrado, capaz de medir el caudal de la bomba dentro del 5% del valor requerido.

NOTA:

Es recomendable la utilización de un medidor de caudal de burbuja ya que sus lecturas son independientes de la temperatura y de la presión atmosférica.

5.1.3 Muestreador de la fracción respirable definida en la Norma UNE-EN 481 (12.2), y que cumpla con lo establecido en la Normas UNE-EN 13205-1 (12.6), relativa al funcionamiento de los instrumentos para la medición de concentraciones de aerosoles, y en el documento técnico CEN/TR 15230 (12.9).

NOTA:

En el anexo B se recoge una serie de muestreadores utilizados para la toma de muestra de la fracción respirable, extraídos del documento técnico CEN/TR 15230.

5.1.4 Filtro de PVC, con tamaño de poro de 5 μm y diámetro adecuado al muestreador de la fracción respirable utilizado.

5.1.5 Pinzas de punta plana y sin estrías en los bordes que eviten, en lo posible, el deterioro de los elementos de retención.

5.1.6 Guantes, sin empolverar, que eviten el contacto de la piel con los elementos de retención pero que no dificulten el proceso de manipulación.

5.1.7 Medidor de tiempo

5.2. Aparatos y material para el análisis

5.2.1 Material de laboratorio como: material de vidrio, espátulas, pinzas, placas Petri, crisoles de porcelana provistos de tapa, mortero de ágata, etc.

5.2.2 Balanza analítica con una sensibilidad de al menos 0,01 mg

5.2.3 Bomba de vacío

5.2.4 Prensa de hasta 15 kg/cm² y accesorios para la preparación de pastillas estándares (tipo 13 mm).

5.2.5 Desecador de vidrio con un material absorbente como gel de sílice o algún otro compuesto que cumpla la misma función.

5.2.6 Horno de calcinación capaz de alcanzar y mantener una temperatura de 800 °C.

5.2.7 Equipo de filtración a vacío

5.2.8 Espectrofotómetro de infrarrojos con transformada de Fourier.

6 TOMA DE MUESTRA

6.1 Selección y uso del muestreador

Se selecciona un muestreador adecuado para la captación de la fracción respirable de aerosol (véanse apartado 5.1.3 y anexo B). El muestreador debe utilizarse siguiendo las instrucciones del fabricante, especialmente en lo referente al caudal del muestreo (12.9).

6.2 Tiempo de muestreo

El tiempo de muestreo será apropiado para garantizar la validez de la evaluación de la exposición laboral, evitando la colmatación del filtro y permitirá la determinación del analito con una incertidumbre expandida aceptable.

El tiempo mínimo de muestreo requerido para asegurarse de que la cantidad de analito recogida es mayor que el límite de cuantificación analítico puede estimarse aplicando la ecuación (1):

$$t_{\min} = \frac{\text{LOQ}}{Q \times (0,1 \times \text{VLA} - \text{ED})} \quad (1)$$

donde:

t_{\min} es el tiempo mínimo de duración del muestreo, en minutos;

LOQ es el límite de cuantificación analítico, en µg;

Q es el caudal nominal del muestreador, en l/min; y

VLA-ED es el valor límite de exposición diaria, en mg/m³.

NOTA:

Si el tiempo mínimo de muestreo es mayor que la duración de la tarea que se intenta medir, debería considerarse la posibilidad de utilizar un muestreador diseñado para ser usado a un caudal de muestreo superior.

6.3 Procedimiento de muestreo

6.3.1 Antes de usar los muestreadores se comprobará que están completamente limpios y secos.

NOTA 1:

Se tendrán en cuenta las recomendaciones del fabricante en todas las operaciones de limpieza y manipulación del muestreador.

NOTA 2:

Si se utilizan ciclones, éstos deben desmontarse e inspeccionarse. Si aparecen muescas o rayas en su interior, deberán desecharse.

6.3.2 En una zona limpia y con la ayuda de unas pinzas planas, se monta el filtro de PVC (según apartado 5.1.4) en el muestreador. El muestreador, con el elemento de retención incorporado, deberá permanecer convenientemente cerrado hasta el comienzo del muestreo.

6.3.3 Se calibra la bomba de muestreo (apartado 5.1.1) al caudal requerido por el muestreador empleando un medidor de caudal (apartado 5.1.2), y un muestreador conteniendo un elemento de retención del mismo material y características que el utilizado en el muestreo.

NOTA:

El elemento de retención utilizado para la calibración del caudal no se usará para otro fin, por ejemplo, como blanco de campo o para toma de muestra.

6.3.4 Antes de comenzar el muestreo, se retiran las protecciones del muestreador y se conecta éste a la bomba mediante un tubo flexible, asegurándose de que no existan fugas ni estrangulamientos.

6.3.5 Para muestreos personales se coloca el muestreador en la zona respiratoria del trabajador, tan cerca de la nariz y la boca como sea razonablemente posible, por ejemplo, sujeto a la solapa. La bomba de muestreo se sujeta en el cinturón o en otro lugar apropiado de la ropa del trabajador evitando estrangulamientos del tubo flexible.

Para mediciones en un punto fijo, se debe elegir una localización adecuada para el muestreo.

6.3.6 Para iniciar el muestreo se pone en marcha la bomba y se anota la hora de comienzo de la toma de muestra.

6.3.7 Durante el muestreo se debe vigilar el funcionamiento de la bomba, por ejemplo, comprobando visualmente la escala del rotámetro o los datos de caudal mostrados en la pantalla.

6.3.8 Al finalizar la toma de muestra se anota el tiempo transcurrido desde el inicio del muestreo. Se desconecta la bomba y se retira el muestreador del sistema de muestreo y se vuelve a cerrar para evitar pérdidas o contaminaciones durante su traslado al laboratorio. Se anotan la referencia de la muestra y todos los datos relativos al muestreo.

6.3.9 Con el mismo muestreador y elemento de retención utilizados en la calibración previa, se medirá y anotará el caudal de la bomba tras el muestreo. La muestra se considera no válida cuando la diferencia entre los caudales medidos antes y después de la toma de muestra supera el 5%.

6.3.10 Por cada lote de muestras tomadas en las mismas condiciones se adjuntarán uno o dos blancos de campo. Se recomienda un blanco de campo por cada 10 elementos de retención de muestra.

7 PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS

7.1 Limpieza del material

Todo el material empleado para la preparación de la pastilla de KBr debe limpiarse convenientemente con etanol del 96% o isopropanol en disolución acuosa al 25% (v/v).

7.2 Calibración

7.2.1 Preparación de patrones, los patrones se preparan a partir de una mezcla bien homogeneizada que contenga cantidades conocidas del material de referencia (4.1) y de bromuro potásico (4.2). Por ejemplo, una mezcla de sílice cristalina en bromuro potásico al 0,5% preparada mezclando 25 mg de sílice cristalina y 5 g de bromuro potásico.

NOTA:

Es conveniente que el bromuro potásico tenga un tamaño de partícula similar al del material de referencia para favorecer la mezcla de ambas sustancias y la posterior formación de la pastilla.

Se preparan por duplicado un mínimo de seis patrones de concentraciones equidistantes en el intervalo de aplicación del método, tomando para ello distintas cantidades de la mezcla junto con una cantidad determinada

de bromuro potásico hasta alcanzar 300 mg \pm 15 mg de KBr y homogeneizando el conjunto convenientemente.

A continuación se prepara una pastilla para su análisis espectrofotométrico. Para ello la mezcla se transfiere cuantitativamente a un molde de pastilla evacuable de 13 mm, asegurando una distribución homogénea en la cámara de compresión. A continuación se preparan las pastillas de los patrones para su análisis espectrofotométrico, desgasificando durante 1 minuto con una bomba de vacío y, posteriormente, comprimiendo la pastilla de KBr a una presión de 8–10 kg/cm² durante cinco minutos. La pastilla obtenida se pesa con una precisión de al menos 0,1 mg y se calcula la relación entre la pastilla final y el peso de KBr adicionado, que debería ser superior a 0,98.

7.2.2. Curva de calibrado, se selecciona el espectrofotómetro de infrarrojo en modo absorbancia y se establecen los parámetros adecuados para un análisis cuantitativo. Se colocan las pastillas en la ventana del espectrofotómetro y se registra el espectro, como mínimo entre 1000 cm⁻¹ y 500 cm⁻¹ con una resolución de 4 cm⁻¹. Se recomienda realizar medidas adicionales rotando la muestra 90 °C o 120 °C para tener en cuenta la posible no homogeneidad de la pastilla.

Para el cuarzo, se mide la altura máxima corregida (I) de los picos del doblete a 800 cm⁻¹ y 780 cm⁻¹ y de la banda secundaria a 695 cm⁻¹ correspondiente a cada patrón, tomando como línea de base la tangente a los mínimos de absorción anterior y posterior al máximo de absorbancia de la sílice, por ejemplo en 840 cm⁻¹ y 720 cm⁻¹ para el doblete y en 720 cm⁻¹ y 670 cm⁻¹ para la banda secundaria. Si se han realizado varias lecturas de cada patrón, se determina la altura media a cada frecuencia.

Para la cristobalita se procede de igual forma que para el cuarzo, pero midiendo las alturas de pico máximas a 800 cm⁻¹ y 620 cm⁻¹, tomando como línea base la tangente de los mínimos de absorción en 840 cm⁻¹ y 720 cm⁻¹ y en 650 cm⁻¹ y 590 cm⁻¹, respectivamente.

Se construyen las curvas de calibrado representando las absorbancias frente a los contenidos conocidos de sílice correspondientes a cada patrón de acuerdo con la ecuación (2):

$$I = (a \times M_{SCR}) + b \quad (2)$$

donde:

- I es la intensidad de la banda de absorción de cada patrón;
- a es la pendiente de la recta de calibración;
- M_{SCR} es la masa de sílice cristalina respirable en cada patrón, en µg; y
- b es la ordenada en el origen de la recta de calibración.

NOTA:

Una vez comprobado que la calibración es lineal en el intervalo de aplicación del método, se puede utilizar una función de calibración, con al menos tres patrones, en un intervalo reducido, por ejemplo entre el 50% y el 150% de la concentración esperada (12.19).

7.3 Preparación de la muestra

Se introducen los filtros de membrana, en crisoles y se calcinan, dependiendo de la composición de la muestra, a temperaturas superiores a 600 °C, durante al menos 60 minutos. En cualquier caso la temperatura de calcinación no debe exceder de 850 °C.

Una vez recuperada la temperatura ambiente se mezcla el residuo con aproximadamente 300 mg \pm 15 mg de KBr, previamente secado en estufa a temperatura 110 °C. Se homogeneiza el conjunto, evitando que adquiera humedad, utilizando una mano de ágata bajo la acción de una lámpara IR u otros procedimientos adecuados. Si es necesario, se transfiere al mortero de ágata para finalizar la homogeneización de la muestra.

A continuación se prepara una pastilla para su análisis espectrofotométrico tal y como se ha indicado en el apartado 7.2.1.

Será necesario variar las condiciones de preparación de la muestra cuando haya interferencias. Un sistema rápido de detección de interferencias es realizar un barrido por FTIR sobre el filtro de muestreo. En el apartado 8 se dan algunas recomendaciones para las interferencias más habituales.

7.4 Análisis de la muestra

Se colocan en la ventana del espectrofotómetro las pastillas de las muestras preparadas en el apartado 7.3.

Se registra el espectro y se mide la altura de pico de la banda utilizada en la calibración de cada muestra de la misma forma que la indicada para los patrones en el apartado 7.2.2.

Se determina el contenido en SCR mediante interpolación en la curva de calibración. Para el cuarzo, si la relación de las alturas de pico a 800 cm^{-1} y 780 cm^{-1} está fuera del intervalo entre 1,0 y 1,4, se deberá examinar el espectro de la muestra para detectar posibles interferencias, en particular de cristobalita a 620 cm^{-1} y de caolinita a 915 cm^{-1} .

Si existen interferencias en la banda de 800 cm^{-1} , la cuantificación del cuarzo y de la cristobalita podría llevarse a cabo utilizando para la calibración las bandas de absorción con máximos a 695 cm^{-1} para el cuarzo y 625 cm^{-1} para la cristobalita.

8 INTERFERENCIAS

En una muestra que contenga especies que absorban luz en la región del espectro de infrarrojos comprendida

entre 800 cm^{-1} y 780 cm^{-1} , las absorbancias de las distintas especies se comportan aditivamente y, por lo tanto, suponen una fuente de interferencias positivas en las determinaciones de sílice cristalina. Otra fuente de error común en las determinaciones de sílice cristalina mediante espectrofotometría de infrarrojos es la presencia de ciertas sustancias en la muestra que, aunque no presenten absorbancias interferentes, pueden alterar la naturaleza o la forma final en la que se presenta la sílice, perdiendo toda o parte de la especie a analizar. En ambas situaciones, los tratamientos químicos o térmicos son las aproximaciones más utilizadas para eliminar las interferencias, pudiendo llegar el caso de ser necesario conocer la matriz en la que se encuentra la sílice cristalina para su adecuado tratamiento.

A continuación se recogen algunas sustancias interferentes que pueden encontrarse, en distintos ambientes laborales, a la hora de determinar la cantidad de SCR presente. Asimismo, se han incluido algunas alternativas o recomendaciones de cómo pueden ser eliminadas de la determinación.

- La presencia de carbonatos como la calcita (CaCO_3) o la magnesita (MgCO_3) interfiere, al actuar como fundentes, en la determinación de la sílice cristalina, por reacción con ésta durante la calcinación, formando especies silicato (CaSiO_4 , MgSiO_4). En estos casos se puede llevar a cabo, sobre los filtros utilizados, un tratamiento ácido con HCl diluido e isopropanol según el siguiente procedimiento:
 - Se coloca una membrana de PVC de 5 μm de tamaño de poro en una torre de filtración y se coloca el filtro de muestreo en el centro.
 - Se añaden 10 ml de ácido clorhídrico al 10% y 10 ml de isopropanol.
 - Se deja actuar la mezcla 10 minutos.
 - Una vez pasado ese tiempo se aplica vacío para retirar la mezcla de ácido e isopropanol y se hacen varios lavados de la membrana con agua destilada.
 - Se retira el vacío y se transfieren ambos filtros al crisol para su calcinación.

Actividades industriales como minería, fabricación de cemento, procesos cerámicos y de esmaltado, etc. pueden presentar este tipo de interferencias.

- La caolinita (silicato de aluminio hidratado, $\text{Al}_4(\text{Si}_4\text{O}_{10})(\text{OH})_8$) presenta una banda de absorción con un máximo centrado aproximadamente a 915 cm^{-1} , suponiendo una interferencia positiva en la determinación de la sílice cristalina. La calcinación de las muestras en horno a temperaturas superiores a 800 °C puede eliminar dicha interferencia debido a la rotura de la estructura cristalina de la caolinita. Una alternativa es la corrección de la absorbancia a 800 cm^{-1} debida a este mineral mediante la construcción de una recta de calibrado empleando un patrón de

concentración conocida que represente la absorbancia a 915 cm^{-1} y a 800 cm^{-1} frente a la masa de caolinita (12.16, 12.17). Conocida la relación existente entre ambas pendientes es posible calcular, a partir de la absorbancia a 915 cm^{-1} de la muestra, la contribución a 800 cm^{-1} de la caolinita. La caolinita es un constituyente de la arcilla, sustancia natural con numerosas aplicaciones industriales como la fabricación de ladrillos, baldosas, tuberías de saneamiento, alfarería, etc.

- El grafito (carbón) puede ocasionar atenuaciones en las absorbancias de la sílice cristalina a 800 cm^{-1} y 780 cm^{-1} comportándose como una especie de cuerpo negro (efectos de re-radiación). La interferencia por grafito, como en el caso de la caolinita, puede ser eliminada procediendo a la calcinación de los filtros utilizados a temperaturas próximas a 800 °C . Algunos de los ambientes laborales en los que se puede encontrar grafito son la minería del carbón, procesos a altas temperaturas como fundiciones y siderurgias, fabricación de pinturas, electrodos, etc.
- La sílice amorfa interfiere en la determinación de la sílice cristalina cuando está presente en grandes cantidades. Dependiendo de la variedad de sílice amorfa presente, y si el resto de constituyentes no generan problemas analíticos añadidos, se puede llevar a cabo la determinación de sílice cristalina empleando bandas de absorción menos sensibles (por ejemplo, 695 cm^{-1} para cuarzo y 620 cm^{-1} para cristobalita). Otras variedades como el ópalo C pueden hacer necesario el empleo de la técnica de difracción de Rayos X (DRX) para la cuantificación de la sílice cristalina. Aplicaciones industriales del caucho y de los plásticos, pinturas, diversos procesos de manufactura, etc. emplean sílice amorfa en su elaboración.
- Los silicatos con estructuras tetraédricas similares a las que presenta la sílice cristalina pueden interferir en la determinación cuantitativa de la cantidad presente en un ambiente laboral. La variedad de posibilidades (arcillas, feldespatos y micas, entre otros) hace imprescindible un conocimiento profundo de la matriz en la que se encuentra incluida la sílice cristalina para llevar a cabo un adecuado tratamiento de la interferencia. Una alternativa con buenos resultados en matrices bien conocidas supone preparar mezclas de los minerales interferentes con sílice cristalina, de manera similar a la utilizada para la elaboración de las rectas de calibrado, identificar la interferencia existente y corregirla matemáticamente a través de técnicas de software.
- Los volframatos y molibdatos (tipo scheelita, volframita y wulfenita) interfieren la determinación de sílice cristalina al absorber a 800 cm^{-1} , por lo que se requeriría, al igual que ocurría en el caso de la sílice amorfa, el empleo de bandas menos sensibles. La aplicación más importante de este tipo de minerales es como mena de wolframio, plomo y molibdeno, si

bien en el caso de la wulfenita su presencia es más bien escasa, encontrándose en zonas de oxidación de filones de plomo.

- Cristobalita y tridimita absorben a 800 cm^{-1} , aunque, especialmente en el caso de la tridimita, su presencia es más bien escasa. Procesos industriales donde se someta la muestra a altas temperaturas (fundiciones, industrias de refractarios,...) así como la industria de los aglomerados de cuarzo, ampliamente utilizados como sustitutos del mármol en construcción, pueden implicar la presencia de estos polimorfos de sílice cristalina diferentes del cuarzo. El cuarzo y la cristobalita se pueden determinar en presencia del otro empleando sus bandas menos sensibles a 695 cm^{-1} y 625 cm^{-1} . Sin embargo, la presencia de otros componentes como los feldespatos hace imposible la determinación mediante espectrofotometría de infrarrojo, debiéndose recurrir a la difracción de rayos X para la cuantificación de cada una de estas variedades polimórficas. Así mismo, por espectrofotometría de infrarrojo no es posible cuantificar tridimita en presencia de cuarzo o cristobalita y la difracción de rayos X es la técnica recomendada.

9 CONTROL DE CALIDAD

Los equipos e instrumentos utilizados durante el muestreo y el análisis deben estar incluidos en un programa de mantenimiento, calibración y control de calidad debidamente documentado y recogido en el procedimiento de trabajo.

El laboratorio debe disponer de un sistema de control de calidad interno que permita identificar y actuar ante situaciones donde la calidad de las determinaciones del laboratorio pueda verse comprometida. Es conveniente que el laboratorio participe en programas de control de calidad externos donde pueda contrastar la calidad de sus determinaciones analíticas.

El Programa Interlaboratorios de Control de Calidad de Sílice Cristalina en filtro (PICC-Sil), establecido por el Instituto Nacional de Seguridad, Salud y Bienestar en el Trabajo (INSSBT) está diseñado específicamente para las mediciones de sílice cristalina en el campo de la prevención de riesgos laborales y, por tanto, constituye una herramienta de calidad muy recomendable para los laboratorios de Higiene Industrial (12.15).

10 CÁLCULOS

La concentración de cuarzo y cristobalita en aire, en miligramos por metro cúbico, se calcula según la ecuación (3):

$$C = \frac{m}{V} \quad (3)$$

donde:

- C es la concentración de metal en aire, en mg/m³;
 m es la cantidad de SCR en la muestra, en µg; y
 V es el volumen de aire muestreado, en litros.

10.1 Expresión del resultado final

Se recomienda que la concentración del agente químico en aire se indique junto a su incertidumbre expandida, U, como:

$$C \text{ (mg/m}^3\text{)} \pm U\% \text{ (k=2)}$$

donde:

- C es la concentración de analito en aire, en mg/m³;
 U es la incertidumbre expandida, en %; y
 k es el factor de cobertura para un nivel de confianza dado (k=2 supone un nivel de confianza del 95%).

NOTA:

Conviene indicar el procedimiento utilizado para calcular la incertidumbre expandida y el factor de cobertura seleccionado. El valor numérico de la incertidumbre debe expresarse, como máximo, con dos cifras significativas. El valor de la concentración del agente químico en el aire debe redondearse a la menor cifra significativa de la incertidumbre expandida en valor absoluto.

11 CARACTERÍSTICAS DE FUNCIONAMIENTO

Este método de toma de muestra y análisis permite la determinación de cuarzo y cristobalita en la fracción respirable.

Las características de funcionamiento del método se han estimado a partir de los datos obtenidos en la validación utilizando filtros de PVC adicionados con distintas cantidades de SCR y de la participación en programas de ensayo de aptitud (véase anexo A) (12.17).

11.1 El intervalo de calibración resultó ser lineal entre 10 µg/filtro y 200 µg/filtro. Para un volumen de aire muestreado de 2000 litros, el intervalo de aplicación del método está comprendido entre 0,005 mg/m³ y 0,1 mg/m³

11.2 Los límites de detección (LOD) y límites de cuantificación (LOQ) del método analítico, estimados siguiendo el criterio de la IUPAC (12.21) como tres y diez veces la desviación típica de los resultados obtenidos del análisis de diez blancos de laboratorio, son 1 µg/filtro y 4 µg/filtro para el cuarzo, y 2 µg/filtro y 6 µg/filtro para la cristobalita, respectivamente (véase A.1).

11.3 La precisión analítica, obtenida a partir del análisis de muestras adicionadas de cuarzo y cristobalita, resultó ser inferior al 10% para concentraciones próximas al límite inferior del intervalo e inferiores al 5% en el resto de los

casos cuando las especies no se presentan simultáneamente en la muestra. Cuando coexisten, la precisión en la determinación del cuarzo resultó inferior al 7%, al tener que cuantificar los resultados en la banda secundaria, mucho menos sensible (véase A.2).

11.4 El sesgo obtenido, para el caso del cuarzo, a partir del análisis de muestras adicionadas y de datos de participación en distintos programas de ensayos de aptitud para este polimorfo, resultó no significativo. Para la cristobalita, el sesgo medio obtenido a partir de muestras adicionadas es del -6% y cuando se encuentra conjuntamente ambos polimorfos el sesgo medio para ambos es de -6% (véase A.2).

11.5 A partir de datos procedentes del Programa Interlaboratorios de Control de Calidad (PICC-Sil) del INSSBT (12.15) se ha estimado como adecuada una desviación típica relativa del 10% para las determinaciones de cuarzo realizadas mediante espectrofotometría infrarroja en el intervalo de 40 µg a 160 µg de cuarzo en la muestra. Para cantidades entre 10 µg y 40 µg de cuarzo en la muestra, las pruebas de intercomparación realizadas muestran coeficientes de variación inferiores al 20%, con un coeficiente de variación promediado del 15% para este intervalo (12.19).

11.6 La incertidumbre expandida máxima, para la determinación de cuarzo y cristobalita (fracción respirable) en aire, utilizando la banda de absorción principal de 800 cm⁻¹, y estimada de acuerdo con las Normas UNE-EN 13890 e ISO 24095, es:

- U ≤43,3% para concentraciones de cuarzo en filtro de 10 µg y 40 µg en filtro, lo que supone una concentración en aire entre 0,005 mg/m³ y 0,02 mg/m³ para un volumen de muestreo de 2000 litros; y
- U ≤33,3%, para concentraciones de cuarzo en aire entre 40 µg y 200 µg en filtro, es decir, concentraciones en aire superiores a 0,02 mg/m³, considerando un volumen de muestreo de 2000 litros.

En el apartado A.3 se detallan cada una de las componentes de la incertidumbre de medida así como el cálculo de la incertidumbre expandida.

La incertidumbre de medida indicada en este método debe considerarse como una referencia, siendo necesaria su estimación en cada caso.

12 BIBLIOGRAFÍA

12.1 Reglamento (CE) nº 1272/2008 sobre clasificación, etiquetado y envasado de sustancias y mezclas, Reglamento CLP.

12.2 UNE-EN 481. "Atmósferas en los puestos de trabajo. Definición de las fracciones por el tamaño de las partículas para la medición de aerosoles"

- 12.3** UNE-EN 482. "Atmósferas en el lugar de trabajo. Requisitos generales relativos al funcionamiento de los procedimientos para la medida de agentes químicos."
- 12.4** IUNE-EN 689. "Atmósferas en el lugar de trabajo. Directrices para la evaluación de la exposición por inhalación de agentes químicos para la comparación con los valores límite y estrategia de medición."
- 12.5** UNE-EN 1540. "Exposición en el lugar de trabajo. Terminología."
- 12.6** UNE-EN 13205-1. "Exposición en el lugar de trabajo. Evaluación del funcionamiento de los muestreadores para la medición de concentraciones de partículas en suspensión en el aire. Parte 1: Requisitos generales."
- 12.7** UNE-EN 13890. "Exposición en el lugar de trabajo. Procedimientos para la medida de metales y no metales en partículas en suspensión en el aire. Requisitos y métodos de ensayo."
- 12.8** UNE-EN ISO 13137 "Atmósferas en los puestos de trabajo. Bombas para el muestreo personal de los agentes químicos. Requisitos y métodos de ensayo."
- 12.9** CEN/TR 15230 Workplace atmospheres – Guidance for sampling of inhalable, thoracic and respirable aerosol fractions.
- 12.10** Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo. "Límites de Exposición Profesional para Agentes Químicos en España."
- 12.11** Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo. Criterios y Recomendaciones: "Bombas para el muestreo personal de agentes químicos" CR-01/2006.
- 12.12** Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo. Criterios y Recomendaciones: "Toma de muestras de aerosoles. Muestreadores de la fracción inhalable de materia particulada." CR-03/2006.
- 12.13** Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo. Criterios y Recomendaciones: "Determinación de la incertidumbre de medida de agentes químicos. Incertidumbre del volumen de aire muestreado." CR-04/2008.
- 12.14** Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo. Criterios y Recomendaciones: "Determinación de la incertidumbre de medida de agentes químicos. Utilización de los resultados de participación en programas de ensayo de aptitud en la estimación de la incertidumbre de medida de un procedimiento analítico." CR-09/2016.
- 12.15** Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo. Programa Interlaboratorios de Control de Calidad de Sílice Cristalina (PICC-Sil). www.insht.es/picc.
- 12.16** National Institute for Occupational Safety and Health. Silica crystalline by IR. Manual of Analytical. Methods 4rd. Ed. Method 7602.
- 12.17** Mine Safety and Health Administration. Infrared determination of quartz in respirable coal mine dust. MSHA Method P-7.
- 12.18** ISO 24095 Workplace air. Guidance for the measurement of respirable crystalline silica.
- 12.19** Rojo, J.M. and Montes, N.; Avances en el Programa Interlaboratorios de Control de Calidad de Sílice Cristalina. XII International Conference on Occupational Risk Prevention – ORP 2014. Ed: Mondelo, P.R. et al., Spain (2014).
- 12.20** International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC). "Harmonized guidelines for single-laboratory validation of methods of analysis." Technical Report. Pure Appl. Chem. Vol 74, N° 5, pp 835-855, 2002.
- 12.21** Currie, L. A. "Nomenclature in evaluation of analytical methods including detection and quantification capabilities." Pure & Appl Chem, 6, 10, 1995, pp 1699 – 1723. International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC – Recommendations 1995).
- 12.22** EURACHEM / CITAC Guide CG 4, Quantifying uncertainty in analytical measurement, Third Edition. 2012. ISBN 978-0-948926-30-3.

ANEXO A

Características de funcionamiento

A.1 Estimación de los límites de detección y límites de cuantificación

Los límites de detección y cuantificación del método se han calculado a partir del análisis de 10 blancos de laboratorio (filtros de PVC de 37 mm de diámetro) de acuerdo con el criterio recomendado por la IUPAC (12.21). La tabla A.1 muestra los resultados obtenidos.

Tabla A.1

Límites de detección y cuantificación analíticos

| Filtro | Cuarzo (800 cm ⁻¹) | Cristobalita (800 cm ⁻¹) |
|---------------------|--------------------------------|--------------------------------------|
| 1 | -0,29 | -0,35 |
| 2 | -0,14 | -0,10 |
| 3 | -0,28 | -0,33 |
| 4 | -0,20 | -0,20 |
| 5 | -0,28 | -0,33 |
| 6 | -0,29 | -0,35 |
| 7 | -0,29 | -0,35 |
| 8 | -0,28 | -0,35 |
| 9 | 0,56 | 1,04 |
| 10 | 0,65 | 1,20 |
| Media | -0,08 | -0,01 |
| Desviación estándar | 0,37 | 0,60 |
| LOD | 1,1 | 1,8 |
| LOQ | 3,7 | 6,0 |

A.2 Sesgo y precisión analíticos

A.2.1 Muestras adicionadas

Se ha calculado la precisión y la recuperación analítica en la determinación de SCR, tanto para cada uno de los polimorfos como para la mezcla de ambos, a distintos niveles de concentración a partir de muestras adicionadas por vía húmeda. Los resultados obtenidos se muestran en la tabla A.2

TABLA A.2

Precisión y recuperación analítica en muestras adicionadas

| A. MUESTRAS INDEPENDIENTES | | | | | | | | | |
|------------------------------|---------------|--------------------|--------|------------|--------------------------|---------------|--------------------|--------|------------|
| Cuarzo | | | | | Cristobalita | | | | |
| m_a µg/filtro | Nº Ensayos | m_r µg/filtro | CV (%) | RA_i (%) | m_a µg/filtro | Nº Ensayos | m_r µg/filtro | CV (%) | RA_i (%) |
| 12 | 10 | 10,8 | 9,6 | 90 | 15 | 10 | 13,6 | 5,6 | 91 |
| 26 | 10 | 24,0 | 4,0 | 93 | 30 | 10 | 28,8 | 3,3 | 95 |
| 40 | 10 | 39,4 | 3,1 | 98 | 60 | 10 | 58,4 | 1,9 | 98 |
| 92 | 10 | 92,5 | 4,1 | 101 | 95 | 10 | 90,1 | 3,0 | 95 |
| 150 | 10 | 158 | 4,6 | 105 | 150 | 10 | 141 | 1,9 | 94 |
| 175 | 10 | 170 | 3,6 | 97 | 180 | 10 | 164 | 2,4 | 91 |
| Recuperación media, RA (%) | | | | 97,3 | Recuperación media, (RA) | | | | 94,0 |
| Coeficiente variación RA (%) | | | | 5,6 | Coeficiente variación RA | | | | 2,9 |

| B. MEZCLA DE AMBOS POLIMORFOS | | | | | | |
|-------------------------------|---------------|--------------|------------------------------|-----------------|--------|------------|
| | Nº Ensayos | SCR | m_a µg/filtro | m_r µg/filtro | CV (%) | RA_i (%) |
| Nivel 1 | 10 | Cuarzo | 48 | 42,5 | 6,7 | 90 |
| | | Cristobalita | 55 | 49,1 | 3,8 | 87 |
| Nivel 2 | 10 | Cuarzo | 90 | 89,7 | 5,1 | 93 |
| | | Cristobalita | 100 | 92,8 | 1,6 | 93 |
| Nivel 3 | 10 | Cuarzo | 125 | 123 | 6,8 | 98 |
| | | Cristobalita | 135 | 125 | 1,9 | 92 |
| CUARZO | | | Recuperación media, RA (%) | | | 93,7 |
| | | | Coeficiente variación RA (%) | | | 4,3 |
| CRISTOBALITA | | | Recuperación media, RA (%) | | | 94,9 |
| | | | Coeficiente variación RA (%) | | | 2,9 |

m_a es la cantidad adicionada;

m_r es la cantidad recuperada;

RA_i es la recuperación analítica a cada nivel de concentración;

CV es el coeficiente de variación de las réplicas a cada nivel de concentración.

A.2.2 Participación en programas de ensayos de aptitud

Se ha estimado el sesgo analítico a partir de los datos de participación en dos programas de ensayos de aptitud para la determinación de cuarzo respirable en filtros de PVC. Las muestras se han analizado de acuerdo con el procedimiento indicado en el método.

La tabla A.3 recoge los valores medios de los resultados normalizados frente al valor asignado obtenidos en dichos programas de ensayos de aptitud y la figura A.1 recoge la representación gráfica de dichos resultados.

Tabla A.3

Sesgo analítico obtenido en participación en programas de ensayo de aptitud

| Programa | Intervalo (µg/filtro) | Número de resultados evaluados | V _n | Sesgo B (%) | CV (%) |
|----------|-----------------------|--------------------------------|----------------|-------------|--------|
| PICC-Sil | 30 – 170 | 48 | 1,01 | 0,99 | 7,6 |
| AIR-PT | 70 – 200 | 8 | 0,99 | -1,16 | 9,7 |

V_n es el valor normalizado obtenido como la relación entre el resultado obtenido (x) y el valor asignado;
 B es el promedio de los sesgos individuales, calculados como $[(x-V_d)/V_d] * 100$;
 CV es el coeficiente de variación de los sesgos.

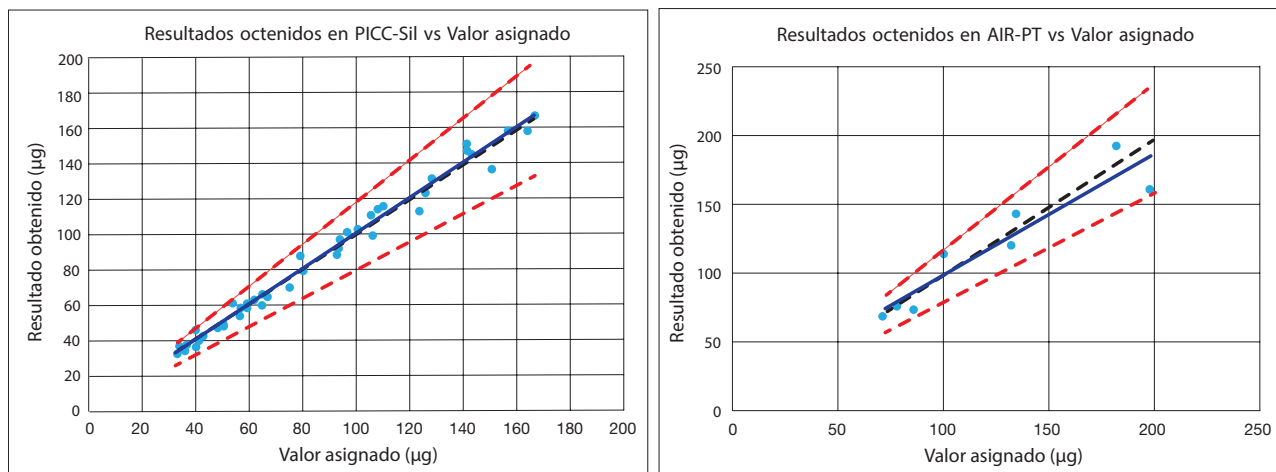


Figura A.1. Resultados obtenidos en dos programas de ensayo de aptitud para la determinación de cuarzo en filtros de PVC. Las líneas continuas representan el ajuste lineal de los resultados, y las líneas discontinuas los límites de control de ambos programas, que tienen definida una desviación típica aplicable del 10%.

A.3. Estimación de la incertidumbre de medida

Las principales componentes de incertidumbre en la determinación de SCR en aire son las asociadas al muestreo y al análisis. La incertidumbre, en %, asociada a dicha concentración se ha estimado haciendo uso de la información obtenida durante la validación del método y siguiendo los criterios y recomendaciones establecidos en las normas UNE-EN 13890 (12.17), ISO 24095 (12.18) y en los documentos Criterios y Recomendaciones del INSSBT (12.11), (12.13) y (12.14).

En la tabla A.4 se indica la estimación, en el caso más desfavorable, de la incertidumbre de medida en la determinación de cuarzo y cristobalita en la banda de 800 cm⁻¹. El valor de la incertidumbre obtenido debería considerarse como una referencia, debiéndose calcular en cada caso.

Tabla A.4

Estimación de la incertidumbre en el caso más desfavorable

| COMPONENTE DE LA INCERTIDUMBRE | Fuente de información | <i>u</i> (%) | |
|---|---|-------------------------------------|--------------------------------------|
| Incertidumbre volumen muestreo | | | |
| - Calibración del caudal (medidor de caudal másico) | UNE 13890 (B.2.2) | 0,61 | |
| - Lectura del caudal (medidor de caudal másico) | UNE 13890 (B.2.2) | 2,00 | |
| - Estabilidad del caudal de la bomba | UNE EN ISO 13137 (5%) | 2,89 | |
| - Tiempo de toma de muestra. | UNE EN ISO 13137 ($\pm 0,5\%$) | 0,29 | |
| <i>u_v</i> | | 3,58 | |
| Incertidumbre asociada a la eficacia de muestreo | | | |
| Incertidumbre expandida máxima del muestreador de aerosoles | UNE EN 13205-1 ($U \leq 25\%$) | 12,5 | |
| <i>u_{em}</i> | | 12,5 | |
| Incertidumbre asociada al transporte y al almacenamiento | | 10 μg a 40 μg | 40 μg a 200 μg |
| Transporte | UNE 13205-1 (15 % para cargas en filtro entre 0,1 y 0,5 VLA y 5% cargas en filtro >0,5 % VLA) | 8,66 | 2,89 |
| Almacenamiento | Despreciable | -- | -- |
| <i>u_{tr}</i> | | 8,66 | 2,89 |
| Incertidumbre analítica | | 10 μg a 40 μg | 40 μg a 160 μg |
| Precisión analítica | PICC-Sil (12.15, 12.19) | 15 | 10 |
| Sesgo analítico | Incluido en PICC-Sil | -- | -- |
| Deriva instrumental | Incluido en PICC-Sil | -- | -- |
| <i>u_a</i> | | 15 | 10 |
| Incertidumbre combinada, <i>u_c</i> | | 21,7 | 16,7 |
| Incertidumbre expandida, <i>U</i> (<i>k</i> = 2) | | 43,3 | 33,3 |

ANEXO B

Muestreadores de la fracción respirable

Los muestreadores utilizados para captar las diferentes fracciones del aerosol (inhalable, torácica o respirable) deben adecuarse a los convenios para su toma de muestra especificados en la Norma UNE-EN 481. En este sentido, el informe técnico CEN/TR 15230 (12.9) incluye, con carácter informativo, los muestreadores (disponibles en el mercado en el año 2004) que cumplen con las especificaciones de las Normas UNE-EN 481 y UNE-EN 13205 para determinadas condiciones ambientales.

No todos los muestreadores cumplen con los requisitos para todas las condiciones ambientales posibles y es el usuario quien debe verificar que el muestreador tiene un comportamiento aceptable para las condiciones en las que se va a utilizar.

Las principales variables que afectan a la eficacia de muestreo son el diámetro aerodinámico de las partículas y la velocidad y dirección del viento. Algunos muestreadores presentan dificultades para el cumplimiento del convenio establecido (inhalable, torácico o respirable) cuando las velocidades del viento son altas, cuando la concentración del aerosol es elevada o cuando se generan partículas grandes con un gran momento de inercia. Estas situaciones conducen, en general, a una subestimación de la fracción de interés, excepto en las situaciones en las que se generan partículas grandes (12.12).

Los muestreadores diseñados para recoger de forma simultánea más de una fracción se ven afectados por las condiciones ya citadas, además de existir la posibilidad de que las partículas puedan pasar de una fracción a otra una vez han sido recogidas por el muestreador.

La tabla B.1 recoge, para la fracción respirable, los muestreadores personales incluidos en el Informe Técnico CEN/TR 15230, junto con los elementos de retención y caudales de muestreo recomendados, que pueden utilizarse en la aplicación de este método. No obstante, muestreadores que utilizan filtro de PVC como elemento de retención aparecidos (o disponibles) en fecha posterior al Informe Técnico CEN/TR 15230 y que demuestren el cumplimiento de los requisitos de las Normas UNE EN 481 y UNE EN 13205-1 podrían utilizarse para recoger la fracción respirable de la sílice cristalina.

Tabla B.1

Muestreadores de la fracción respirable recogidos en el informe CEN/TR 15230 utilizables en la aplicación de este método de toma de muestra y análisis (*)

| Fracción relacionada con la salud | Muestreador personal | Caudal de muestreo l/min | Elemento de retención |
|-----------------------------------|---------------------------|--------------------------|---|
| Respirable | IOM Multidust | 2 | Filtro de 25 mm en portafiltro |
| | GK 2,69 | 4,2 | Filtro de 37 mm |
| | SIMPEDS | 2,2 | Filtro de 25 mm |
| | Ciclón polvo respirable | 2,2 | Filtro de 25 mm |
| | Ciclón aluminio | 2,5 | Filtro de 25 o 37 mm |
| | Ciclón plástico conductor | 2,2 | Filtro de 25 o 37 mm |
| | PGP-FSP 2 | 2 | Filtro de 37 mm |
| | PGP-FSP 10 | 10 | Filtro de 37 mm |
| | Ciclón de nylon 10mm | 1,7 | Filtro de 37 mm |
| Inhalable y Respirable | IOM Multidust | 2 | Espuma y filtro de 25 mm en portafiltro |
| Inhalable y Respirable | Respicon | 3,11 | Filtros de 37 mm |
| Inhalable, Torácica y Respirable | Respicon | 3,11 | Filtros de 37 mm |

(*) Las características detalladas se pueden consultar al fabricante.



MTA-MA-057/A17



GOBIERNO
DE ESPAÑA

MINISTERIO
DE EMPLEO
Y SEGURIDAD SOCIAL

 **inssbt**

Instituto Nacional de Seguridad,
Salud y Bienestar en el Trabajo