

Detección de fuentes de error y minimización de su efecto en las determinaciones gravimétricas de materia particulada

José M^a Rojo Aparicio y Natividad Montes Beneitez
 Centro Nacional de Verificación de Maquinaria – INSHT
 evaluacalidad@mtin.es

INTRODUCCIÓN

La experiencia adquirida en las determinaciones gravimétricas de materia particulada sólida, comúnmente llamada polvo, recogida en un filtro, demuestra que este análisis, aparentemente sencillo, está sujeto a errores que afectan a dichas determinaciones. Tradicionalmente, las principales fuentes de error se han asociado a efectos producidos por manipulaciones inadecuadas, humedad relativa, temperatura y cargas electrostáticas, debido fundamentalmente, a la naturaleza y/o al fabricante del filtro o soporte de retención y a la inestabilidad en la pesada de la masa por absorciones o pérdidas de agua [1-3]. Recientemente, a estas fuentes de error se ha añadido la relativa a la inestabilidad producida por otros elementos del muestreador que también deben ser pesados, como ocurre con algunos muestreadores que siguen el convenio de la fracción inhalable definida en la Norma UNE-EN 481 [1,4].

Las pruebas interlaboratorios realizadas por el CNVM-INSHT sobre determinaciones gravimétricas de filtros blancos de fibra de vidrio (FV) o de policloruro de vinilo (PVC) son una adecuada herramienta para obtener una valoración de la calidad analítica de este tipo de determinaciones y permite, a los laboratorios participantes, el análisis comparativo entre sus resultados y el conjunto [5,6].

El estudio aquí presentado recoge parte de las investigaciones realizadas en el CNVM con objeto de: (a) detectar y minimizar las principales fuentes de error en las determinaciones gravimétricas, (b) actualizar los procedimientos que incluyen nuevos dispositivos para el muestreo y, (c) mejorar la calidad de uno de los análisis más frecuentes en el campo de la Higiene Industrial.

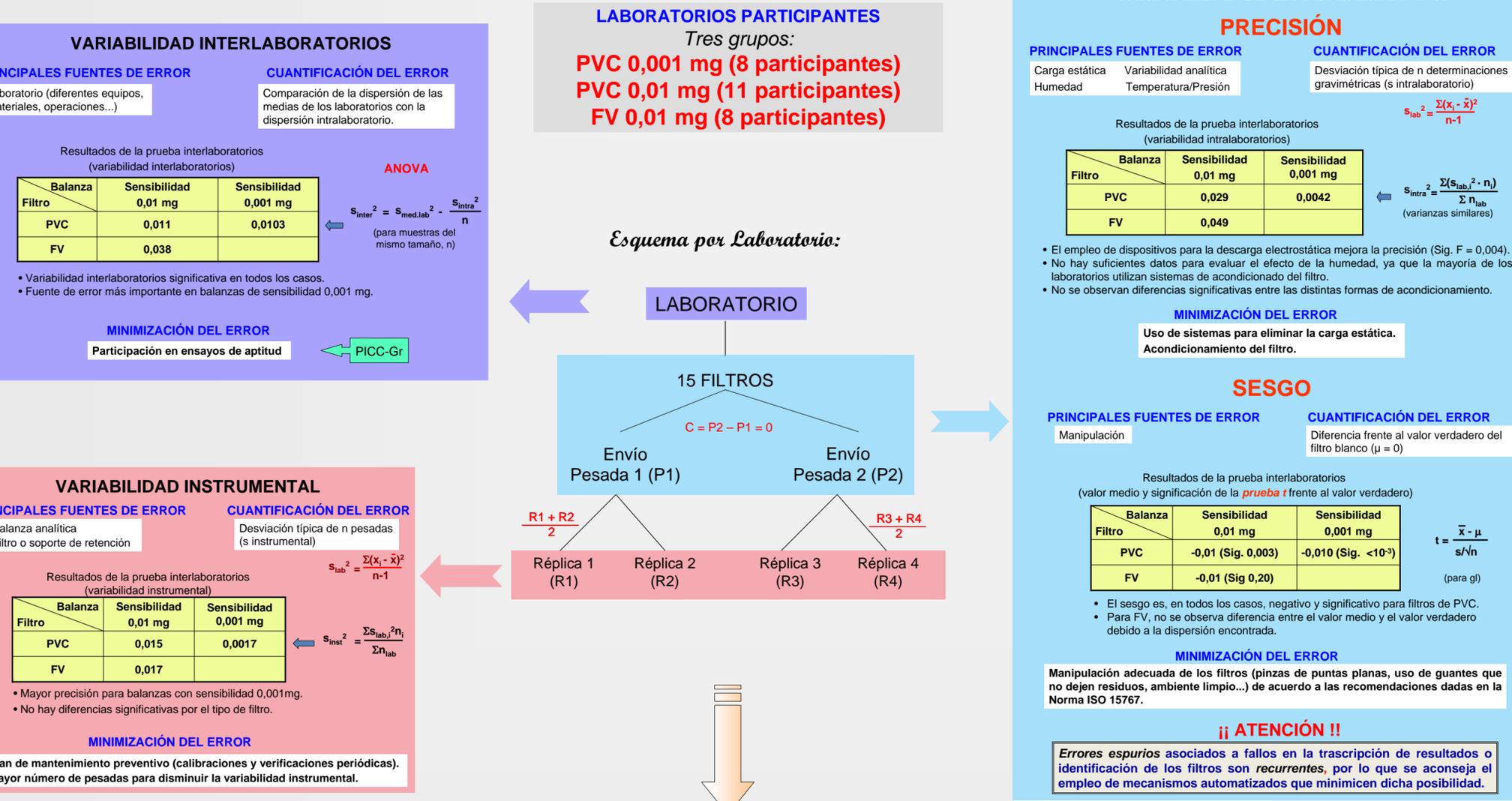


RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Desde el punto de vista analítico, se acepta que la mayor parte de los factores que influyen en la determinación de la masa de la materia particulada recogida en un filtro son de la misma naturaleza que los que afectan al propio filtro, por lo que la cuantificación de la variabilidad sobre gravimetrías de filtros blancos, en los que se conoce su valor verdadero ($\mu=0$), puede proporcionar una estimación de la incertidumbre de la gravimetría [5].

A continuación, se resume en un esquema las características de la prueba de intercomparación, coordinada por el CNVM en el año 2007, en la que se han podido detectar las principales fuentes de error en las determinaciones gravimétricas de filtros blancos, cuantificar su efecto y proponer recomendaciones a los laboratorios participantes para minimizar dicho efecto.

PRUEBA DE INTERCOMPARACIÓN PARA DETERMINACIONES GRAVIMÉTRICAS DE FILTROS BLANCOS



El Programa Interlaboratorios de Control de Calidad de Gravimetrías (PICC-Gr), establecido a partir de este estudio, es una herramienta para mejorar la competencia técnica de los laboratorios participantes que emitan resultados gravimétricos.

Así, el 80% de los laboratorios participantes en el PICC-Gr presentan una precisión acorde a la establecida como referencia en cada grupo.

CONCLUSIONES

- El sesgo negativo, o pérdida de peso, en las determinaciones gravimétricas de filtros blancos es debido, principalmente, a inadecuadas manipulaciones.
- Las condiciones particulares de aplicación del método afectan a la precisión y exactitud de las determinaciones y el empleo de dispositivos de descarga iónica mejora la precisión.
- Los filtros de PVC presentan mejor precisión que los filtros de FV.
- El empleo de balanzas de sensibilidad 0,001 mg (6 cifras) mejora la precisión de las determinaciones con filtros de PVC.

Bibliografía

- [1] ISO 15767:2009. Workplace atmospheres-Controlling and characterizing errors in weighing collected aerosols.
 [2] M. Lippman, Air sampling instruments for evaluation of atmospheric contaminants, 9th Ed. Cohen and McCammon eds., ACGIH, 2001.
 [3] N.P. Vaughan et al., Ann. Occup. Hyg., 33, 331-337 (1989).

RECOMENDACIONES

- Las recomendaciones que surgen de este estudio, en buen acuerdo con las recogidas en la ISO 15767, inciden sobre todo en:
- la atención que se debe prestar a **evitar errores espurios** y a la **adecuada manipulación** del elemento a pesar,
 - la conveniencia de emplear sistemas para **eliminar cargas electrostáticas**,
 - el **acondicionamiento** de los filtros o soportes de retención,
 - el **mantenimiento preventivo de la balanza** y
 - la importancia de **participar en pruebas de intercomparación** como el PICC-Gr.

- [4] UNE-EN 481. Atmosferas en los puestos de trabajo. Definición de las fracciones por el tamaño de las partículas para la medición de aerosoles.
 [5] M.C. Arroyo, J.M. Rojo. ACT/547/31/97; J.M. Rojo, N. Montes. ACT/547/97/07. Informes Internos. INSHT
 [6] PICC-Gr Tríptico.INSHT (www.insht.es).