

NTP 60: Toma de muestras de sílice libre. Análisis difractométrico

Standard sampling method for Crystalline Silica
Norme d'échantillonnage de la sílice cristalline

Vigencia	Actualizada por NTP	Observaciones	
Válida			
ANÁLISIS			
Criterios legales		Criterios técnicos	
Derogados:	Vigentes:	Desfasados:	Operativos: SI

Redactor:

Antonio Martí Veciana
Ldo. en Ciencias Químicas y
Ldo. en Farmacia

CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y ASISTENCIA TÉCNICA - BARCELONA

Esta norma, para la toma de muestra de sílice libre cristalina -en la que se utiliza como soporte de captación un filtro-, se completa con la norma general para la toma de muestra de contaminantes con filtro (NTP 20.82).

Objetivo

Establecer la metodología correspondiente a la toma, transporte y conservación de muestras de polvo silicótico.

Señalar el fundamento del método analítico, su campo de aplicación y sus limitaciones.

Fundamento método analítico

Un volumen de aire conocido se pasa a través de un filtro de cloruro de polivinilo (PVC).

El filtro es calcinado a 600 u 800 °C, siendo el residuo redepositado junto a un patrón interno (fluorita), sobre un filtro de membrana de PVC de 25 mm de diámetro. En cada muestra se determina la presencia cualitativa y cuantitativa de sílice libre cristalina (cuarzo, tridimita y cristobalita) mediante **Difracción de Rayos-X**. La cantidad de cuarzo (tridimita o cristobalita) presente se determina por medio de la relación de intensidades entre los picos de difracción del cuarzo (tridimita o cristobalita) y el patrón interno (fluorita), refiriéndose esta relación a una recta de calibrado. Cuando es necesario determinar el % de sílice libre en la muestra ambiental, se utiliza en el muestreo un filtro previamente tarado (con una aproximación mínima de 0,01 mg). El filtro es acondicionado, tanto en la pesada previa a la toma de muestra como en la posterior a la misma, en una cámara de humedad controlada, un mínimo de 24 horas. La diferencia de peso entre ambas pesadas, expresada en mg, mide la cantidad de polvo retenido en el filtro.

Campo de aplicación

Abarca el área de la higiene industrial, en lo que respecta a la captación de polvo silicótico total o respirable y su posterior determinación mediante Difracción de Rayos-X.

Permite la diferenciación cualitativa y cuantitativa de las distintas especies polimórficas de sílice libre (cuarzo, tridimita y cristobalita). El método puede adaptarse para analizar cualquier materia prima o polvo depositado, del que se necesite conocer su riqueza (%) en sílice libre cristalina. Permite determinar concentraciones de cuarzo entre 10 y 400 µg por filtro. Para un volumen de muestreo de 300 litros significa que puede determinarse una concentración ambiental de cuarzo de 0,03 a 2,66 mg/m³. El límite de detección es de 7 µg de cuarzo/filtro. Para un muestreo de 300 litros, significa que pueden detectarse 0,02 mg/m³.

Inconvenientes y limitaciones

Varios minerales, tales como: micas (biotita, moscovita), feldespatos, sillimanita, grafito, carburo de hierro, zirconio, potasio... producen interferencias en la posición del pico principal del cuarzo; siendo necesario en estos casos efectuar la medición sobre el pico secundario, lo que equivale a una disminución de la sensibilidad.

La presencia de algunos elementos (ej. hierro) puede provocar una apreciable fluorescencia secundaria y con ello un elevado fondo. El

método se halla limitado por la cantidad absoluta de cuarzo sobre el filtro, que no debe exceder de los 0,4 mg. El método requiere un equipo costoso y personal especializado.

Equipo y material de muestreo

Bomba de aspiración

Bomba para muestreo personal y ambiental, cuyo caudal se mantenga dentro del valor determinado, con una exactitud de $\pm 5\%$. La calibración de la bomba debe realizarse con el mismo tipo de soporte o unidad de captación, con el fin de que, la pérdida de carga sea similar a la que se tendrá en el muestreo.

Unidad de captación

Compuesta por:

Filtro (existen filtros que no son aceptables, por su elevado contenido en sílice).

Filtro de membrana de cloruro de polivinilo (PVC), de 37 mm de diámetro y 0,5 micras de tamaño de poro, previamente tarado con una aproximación mínima de 0,01 mg.

Soporte de celulosa

Portafiltros o cassettes

Cassettes de poliestireno de 2 ó 3 cuerpos, de 37 mm de diámetro en los que se coloca el filtro sobre el soporte de celulosa. Los cassettes moldeados con acetato-butirato de celulosa (Tenita) no deben utilizarse para el muestreo, dado que originan un incremento de peso en los filtros blanco. Utilizar cassettes de 2 cuerpos para muestrear fracción de polvo respirable.

Ciclón Ciclón de nylon de 10 mm. Utilizarlo sólo cuando se muestrea fracción de polvo respirable.

Porta-ciclón Soporte metálico para ciclón. Utilizarlo sólo cuando se muestrea fracción de polvo respirable.

Tubo flexible

Adaptador

Cronómetro

Termómetro y manómetro

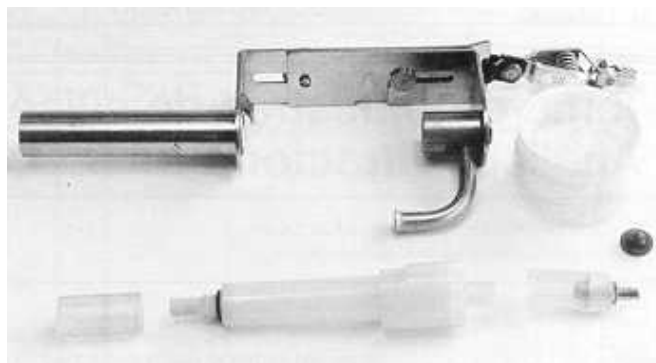
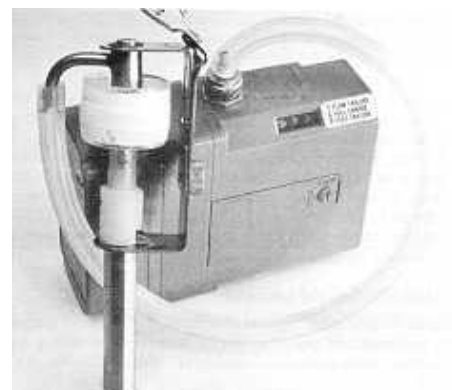
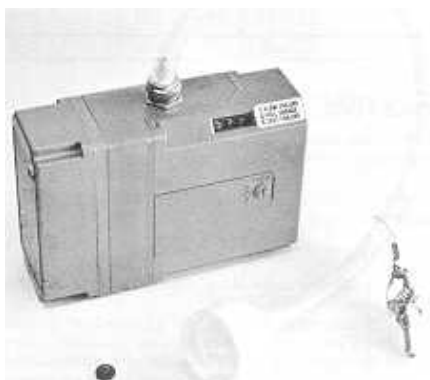


Fig. 1: Componentes de la unidad de captación con ciclón



Condiciones de muestreo

Para captar polvo total, tómesese la muestra de aire a un caudal de 2 lpm, a través de un cassette de 2 ó 3 cuerpos. Para captar la fracción de polvo respirable, tómesese la muestra de aire a un caudal de 1,7 lpm a través de un cassette de 2 cuerpos acoplado a un ciclón.

Cuando deba utilizarse ciclón, éste previamente deberá ser desmontado e inspeccionado meticulosamente en su interior. Si en él aparece suciedad, deberá limpiarse frotando cuidadosamente con un trozo de algodón húmedo. Siempre que se aprecien muescas, o rayas, el ciclón deberá desecharse (Se alterarían las características granulométricas del polvo separado por el ciclón). El volumen de aire recomendado para captar polvo silicótico total o respirable, es función de su contenido en sílice libre (%). Se indican en las Tablas I y II las cantidades de polvo y cuarzo que se recogerán sobre filtro, en función del volumen de muestreo y la concentración del polvo (% sílice libre), respectivamente para polvo silicótico, total y respirable.

DETERMINACION DE CUARZO EN POLVO TOTAL (*)											
POLVO TOTAL	TLV	VOLUMEN DE MUESTREO									
		120 litros (1 hora)		240 litros (2 horas)		360 litros (3 horas)		480 litros (4 horas)		960 litros (8 horas)	
Cuarzo %	mg/m ³	Polvo µg	Cuarzo µg	Polvo µg	Cuarzo µg	Polvo µg	Cuarzo µg	Polvo µg	Cuarzo µg	Polvo µg	Cuarzo µg
98	0,30	36	35	72	71	108	106	144	141	288	282
48	0,59	71	34	142	68	212	102	283	136	566	272
23	1,15	138	32	276	64	414	95	552	127	1104	254
18	1,43	172	31	343	62	515	93	686	123	1373	247
12	2,00	240	29	480	58	720	86	960	115	1920	230
8	2,73	328	26	655	52	983	79	1310	105	2621	210
6	3,33	400	24	800	48	1200	72	1598	96	3197	192
4	4,30	516	21	1032	41	1548	62	2064	83	4128	165
3	5,00	600	18	1200	36	1800	54	2400	72	4800	144
2	6,00	720	14	1440	29	2160	43	2880	58	5760	115
1	7,50	900	9	1800	18	2700	27	3600	36	7200	72
0	10,00	1200	-	2400	-	3600	-	4800	-	9600	-

DETERMINACION DE CUARZO EN POLVO RESPIRABLE (*)											
POLVO RESPIRABLE	TLV	VOLUMEN DE MUESTREO									
		100 litros (≈ 1 h.)		200 litros (≈ 2 h.)		300 litros (≈ 3 h.)		400 litros (≈ 4 h.)		800 litros (≈ 8 h.)	
Cuarzo %	mg/m ³	Polvo µg	Cuarzo µg	Polvo µg	Cuarzo µg	Polvo µg	Cuarzo µg	Polvo µg	Cuarzo µg	Polvo µg	Cuarzo µg
98	0,10	10	10	20	20	30	30	40	40	80	80
48	0,20	20	9,6	40	19,2	60	28,8	80	38,4	160	76,8
23	0,40	40	9,2	80	18,4	120	27,6	160	36,8	320	73,6
18	0,50	50	9,0	100	18,0	150	27,0	200	36,0	400	72,0
12	0,71	71	8,5	142	17,0	213	25,6	284	34,0	568	68,0
8	1,00	100	8,0	200	16,0	300	24,0	400	32,0	800	64,0
6	1,25	125	7,5	250	15,0	375	22,5	500	30,0	1000	60,0
4	1,67	167	6,7	334	13,4	500	20,0	688	26,7	1336	53,4
3	2,00	200	6,0	400	12,0	600	18,0	800	24,0	1600	48,0
2	2,50	250	5,0	500	10,0	750	15,0	1000	20,0	2000	40,0
1	3,33	333	3,3	666	6,7	1000	10,0	1332	13,3	2664	26,6
0	5,00	500	-	1000	-	1500	-	2000	-	4000	-

(*) Recomendable: polvo $\geq 200 \mu\text{g}$; cuarzo $\geq 20 \mu\text{g}$ / Detectable: polvo $\approx 60 \mu\text{g}$; cuarzo $\approx 7 \mu\text{g}$

La cantidad de polvo captada en el filtro debería estar comprendida entre 0,2 y 2 mg (límite de detección ~ 0,06 mg); y la cantidad de cuarzo entre 0,02 y 0,4 mg (límite de detección ~ 0,007 mg).

Es conveniente, conocer la identidad de las sustancias que acompañan a la muestra, o disponer de las materias primas que son fuente potencial de la contaminación (Permite conocer la presencia de posibles interferencias, y posibilita su eliminación). La cantidad de materia prima necesaria para el análisis de su contenido en sílice libre, es superior a 0,5 g.

Procedimiento de muestreo

Colocar la bomba de aspiración, convenientemente calibrada, en la parte posterior de la cintura del operario a muestrear, asegurándola con un cinturón apropiado.

Ajustar el tubo que conecta la bomba con el cassette, por la espalda y hombro del operario, de forma que el extremo del tubo quede a la altura de la clavícula del operario, fijándolo con una pinza a su vestimenta.

Retirar los tapones del portafiltros o cassette y conectar el orificio de salida al tubo de conducción del aire con ayuda de un adaptador (En las captaciones de polvo respirable, se conecta el conjunto cassette-ciclón).

Antes de iniciarse el muestreo comprobar la perfecta estanqueidad del conjunto. En los casos que se utilice ciclón, asegurarse de que la alineación ciclón cassette sea perfecta (Un deficiente montaje conducirá a la obtención de resultados defectuosos o erróneos).

Poner la bomba en funcionamiento e iniciar la captación de la muestra.

Durante la captación, vigilar periódicamente que la bomba funciona correctamente. Caso de que se aprecien anomalías o variaciones sobre el caudal inicial, volver a recalibrar la bomba, o proceder a anular la muestra.

Transcurrido el tiempo de muestreo pre-determinado, parar el funcionamiento de la bomba y anotar los datos siguientes: tiempo de muestreo, caudal, temperatura ambiental, y presión (si no puede averiguarse la presión, se estimará la altitud de la zona).

Finalizada la captación retirar el cassette y cerrar sus orificios con sus tapones, procurando que éstos ajusten perfectamente. El cassette no debe abrirse bajo ninguna circunstancia hasta el momento del análisis.

Colocar sobre el cassette una etiqueta con indicación clara del número identificativo de la muestra tomada.

Acompañar con cada lote de filtros muestreados un "filtro blanco", el cual ha sido sometido a sus mismas manipulaciones, excepto que no se ha pasado aire a su través. Etiquetarlo con la palabra Blanco.



Muestreo de polvo total



Muestreo de la fracción de polvo respirable

Transporte y almacenamiento

Colocar los cassettes muestreados junto con el blanco (o blancos) en cajas, u otros envases o maletines convenientemente protegidos para evitar cualquier tipo de daño, alteración o pérdida de su contenido durante su envío o transporte al laboratorio.

Mantener las precauciones anteriores mientras dure el almacenamiento de las muestras, hasta el momento de su análisis.

Bibliografía

(1) INSHT

Norma HA-261. Determinación de sílice libre en aire mediante Difracción de Rayos X

Diciembre, 1980

(2) NIOSH

(3) INSHT

Norma HA-244. Método para la determinación gravimétrica de materia particulada ambiental (con filtro de PVC)
Febrero, 1981

(4) INSHT

Norma H-32201. Método de toma de muestras de polvo inerte ambiental
1982